CRG-FAME
mode d'emploi

Version Mai 2010

Numéros utiles :

Ligne CRG-FAME	04 76 88 25 98
Bureau CRG-FAME	04 76 88 25 46
William del Net	04 76 88 25 46
Jean-Louis Hazemann	04 76 88 74 07
Eric Lahera	04 76 88 74 07
Olivier Proux	04 76 88 25 46
Vincent Ranieri	04 76 88 25 46
Denis Testemale	04 76 88 10 45
Olivier Ulrich	04 76 88 29 23

Les numéros soulignés sont ceux à composer depuis l'ESRF

Sommaire

Introduction 9

I. Description de la ligne 10

L'optique 10

Fentes de délimitation de faisceau 10

Fentes propres à l'optique, fentes dites « Patisson » 10

Fentes propres à l'expérience « JJ-Xray » 10

Ouvertures et offset des fentes 11

Monochromateur 11

Miroirs 13

Pourquoi… l'intensité du faisceau n'est-elle pas uniforme ? 14

Les stations d'expérience 15

II. Démarrage d'une expérience 16

Ouverture du faisceau 16

Fermeture du faisceau 16

Paramètres de la session EXAFS 16

Paramètres des fichiers 16

Paramètres du monochromateur 17

Paramètres de mesure 18

Paramètres de scan 18

Différents détecteurs 19

Pourquoi… l'avant-seuil d'un spectre mesuré en fluorescence décroît ? 20

Commandes utiles 21

Changement d'énergie / obtention de l'énergie 21

Arrêt d'un scan : **Ctrl C** 21

Mouvements d'un moteur / scan 21

Choix du détecteur pour l'affichage 22

1) Avant le démarrage de l'acquisition : 22

2) Une fois l'acquisition terminée : 22

3) En cours d'acquisition 22

Positionnements de l'échantillon, du détecteur XAS 22

Paramètres des réglages de la ligne 23

Quelques macros simples 23

Estimation du « bruit » absolu de la ligne 23

Estimation du saut d'absorption 24

Remplissage du séparateur de phase du monochromateur 24

Lancement de l'acquisition d'un spectre EXAFS 24

EXAFS rapide (QEXAFS) 25

En résumé... 26

III. Station micro-faisceau µXAS 27

Lancement de la session micro-faisceau 27
Principe général et implantation 27
Mouvements et motorisations 27
Cartographie de fluorescence X 28
Mise en œuvre 28
Exemple d'utilisation (sous forme de macro par exemple) 29

IV. Spectromètre à cristaux analyseurs CAS 30

Spectromètre à cristaux analyseurs 30
Sélectivité en énergie 30
Géométrie de Johann 30
Description du spectromètre 31
Mouvements 31
Pilotage des moteurs 32
Paramètres de l'expérience 32
Choix des cristaux 32
Paramètres de mesure 34
Mouvements de l'échantillon 34
Réglage du spectromètre 35
Alignement sans faisceau 35
Point de focalisation 36
Principe général du réglage 36
Pour commencer: le cristal de référence 37
Poursuite du réglage. 37
Les amplitudes des scans: exemples de profil 37

V. Dépannage de la ligne 39

Ouverture du faisceau 39
Perte de faisceau: angle entre les deux cristaux du monochromateur 40
1) A l'aide du moteur acc 40
2) A l'aide du piezoélectrique 40
Messages d'erreur dans la session EXAFS 40
Démarrage de la session EXAFS et des applications annexes 42
Problèmes liés à la détection 43
Si le nombre de coups mesuré par les diodes est très faible 43
Si aucun des détecteurs ne mesure des coups 43
Si le détecteur Canberra ne mesure pas de coups, ou mal 43
Arrêt d'un spectre en cours d'acquisition 44
Arrêt causé par un problème réseau 44
Arrêt causé par une erreur du contrôleur de l'axe du monochromateur 44
Arrêt causé par l'activation d'une sécurité 44
En résumé... 45
Redémarrage complet de la ligne après une coupure électrique 46
A faire pendant la coupure 46
Redémarrage des ordinateurs 46

Redémarrage des pompes ioniques 46
Redémarrage coffrets de jauges 47
Redémarrage du PLC safety shutter 47
Redémarrage des systèmes de refroidissement, miroir et fentes 48
Réouverture des vannes, de l'absorbeur... 48
En résumé, dans l'ordre... 48

VI. Réglage de la ligne 49

Rôle des différents éléments optiques 49
Schématisation des étapes du réglage 50
Réglage du monochromateur 51
Commandes utiles 51
Calibration en énergie 51
1) Lors des réglages 51
2) En cours d'expérience 51
Réglages du 2nd cristal 51
1) Paramètres du monochromateur entre deux énergies 51
2) Diagnostics de la qualité de la focalisation 53
3) Courbeur, c1 et c2 54
4) Parallélisme entre les cristaux : rôle du moteur acc 56
5) Parallélisme entre les cristaux : suivi par le piezoélectrique 56
6) Réglage du tilt 58
7) Réglage du tilt : influence sur la focalisation 59
8) Réglage du gamma 59
9) Température du monochromateur 60
Hauteur de la table EXAFS 62
La table EXAFS 62
Les fentes EXAFS « verticales » 62
Suivi en hauteur de la table EXAFS durant un spectre 63
Réglage des miroirs 65
Généralités 65
Positionnement « manuel » 65
1) Changement de l'angle d'incidence des miroirs 65
2) Retrait et mise en place des miroirs 66
Positionnement automatisé 66
Affinement des réglages 66
1) Angles des miroirs 66
2) Hauteur de M2 67
3) Calibration en énergie 67
4) Hauteurs des différents éléments après un arrêt machine 67
5) Ouverture des fentes verticales primaires 67
Choix de l'angle d'incidence des miroirs 68
En résumé... 71

VII. Systèmes de détection 72

Mesures des intensités des faisceaux transmis 72
Principe de la mesure 72
Cas d'un diffuseur en kapton 72
Utilisation de gaz comme diffuseur 73
Changement de gamme 73
Valeurs mesurées 73

Influence de la position verticale du faisceau dans le cas du dispositif « kapton » 74
Artefacts de mesure : faisceaux parasites 75
Spécificités des réglages pour les mesures en transmission 75
Détecteur solide Germanium (Canberra 30-éléments) XAS 75
Généralités 75
Lancement de l'application Canbgui 77
La fenêtre de dialogue 78
1) Boîte *Channel selection / Count rate display* 78
2) Boîte *Spectrum display* 78
3) Boîte *SCA adjust* 79
4) Boîte *Shaping time* 79
5) Boîte *Detector position* 79
6) Menu *Detector* 79
7) Menu *ROI* 79
8) Menu *Display* 79
9) Menu *Acquisition* 79
La fenêtre GRAPHIQUE 80
1) Boutons d'action utilisés 80
2) Bouton de droite de la souris 80
Programmation des fenêtres 80
1) Lecture des fichiers existants 80
2) Programmation des fenêtres pour la fluorescence 80
3) Choix des fenêtres SCA2 81
4) Sauvegarde des paramètres 81
Paramètres des cartes 2016 81
1) Mesure des pics 82
2) Réglage des gains 82
3) En fonction du shaping time... 82
Vue d'ensemble 82
Détecteur solide Silicium (Vortex, mono-élément) µXAS CAS 83
Généralités 83
Branchement du Vortex 83
Détecteur solide NaI (photo-multiplicateur, "PM") CAS 84
Généralités 84
Branchement du photomultiplicateur 84
Importance de l'absorption de l'air 85
Importance de l'absorption de l'air 85
Echantillon sous vide 85

VIII. Notices 87

Applications graphiques 87
Lancement de l'application 87
1) Menu File 87
2) Results 88
3) Read Spec file 88
Opérations simples sur les courbes 88
1) Outils dans la barre de gauche 88
2) Couleurs / symboles 89
3) Opérations sur les courbes 89

4) Menu Graph....89
5) Problèmes récurrents....89
Aide technique en ligne....90
Dans la session exafs....90
1) Macros « paramétrables »....90
2) Help local....90
Dans le site web de la ligne....90
Mémo : les principales commandes....91
Entête d'un fichier....92
Liste des moteurs....93
Utilisation d'une carte DPAP....94
Alignement d'un échantillon....96
Fixation et taille d'échantillon....97
Rapatrier des fichiers sur un ordinateur sous Windows....98
Pilotage d'un Eurotherm....99
Configuration....99
Pilotage....99
Procédure d'ouverture/fermeture du monochromateur....100
Macro Excel pour corriger les spectres de fluorescence....101
Fonctionnement du cryostat orange type ILL....103
Accessoires....103
Description des éléments....103
1) Cryostat....103
2) Niveau d'hélium....104
3) Contrôle de la température....104
Mise en œuvre....105
Le plein d'hélium....105
Enlever la canne porte-échantillon....106
Mise en place de la canne porte-échantillon....107
Refroidissement....107
Mouvements de l'échantillon....107
Blocage de la canne....108

Référence sur la ligne....110

Glossaire des termes SPEC de la session EXAFS....114

Index....116

Introduction

Ce mode d'emploi de la ligne FAME est schématiquement divisé en trois grandes parties.
La première partie regroupe les informations nécessaires pour faire fonctionner la ligne réglée, en condition classique d'utilisation. Les différents éléments de la ligne sont décrits (§ I) Les commandes nécessaires au démarrage d'une expérience sont explicitées (§ II),
La seconde partie est un peu plus technique (et optique). La station micro-faisceau (§ III), le spectromètre à cristaux analyseurs (§ IV) Les principales sources d'erreurs (et les dépannages associés) sont recensées (§ V). Puis, les différents réglages nécessaires à l'optimisation de la ligne sont expliqués, que ce soient les réglages des éléments optiques (monochromateur et miroirs, § VI) ou le réglage des détecteurs (§ VII).
Enfin, une dernière partie (§ VIII) regroupe divers outils utiles sur la ligne : xmgr, l'aide en ligne et diverses « fiches pratiques » récapitulatives regroupant les principales commandes et opérations.
N'hésitez pas à l'annoter, le raturer, le compléter… et faites-nous part de vos remarques.

Trois références pour la ligne, le proceeding du congrès XAFS12 de Juin 2003, dont le texte est donné en annexe, l'article dans Journal of Synchrotron Radiation sur le refroidissement du monochromateur et celui sur les cristaux analyseurs qui décrit également le détecteur Canberra actuel

Proux O., X. Biquard, E. Lahera, J.-J. Menthonnex, A. Prat, O. Ulrich, Y. Soldo, P. Trévisson, G. Kapoujvan, G. Perroux, P. Taunier, D. Grand, P. Jeantet, M. Deleglise, J.-P. Roux and J.-L. Hazemann, "FAME: A new beamline for X-ray absorption investigations of very-diluted systems of environmental, material and biological interests", *Physica Scripta* **115** (2005) 970-973

Proux O., Nassif V., Prat A., Ulrich O., Lahera E., Biquard X., Menthonnex J.-J. and Hazemann J.-L., "Feedback system of a liquid nitrogen cooled double-crystal monochromator: design and performances", *Journal of Synchrotron Radiation* **13** (2006) 59-68

Hazemann J.-L., Proux O., Nassif V., Palancher H., Lahera E., Da Silva C., Braillard A., Testemale D., Diot M.-A., Alliot I., Delnet W., Manceau A., Gélébart F., Morand M., Dermigny Q. and Shukla A., "High Resolution Spectroscopy on an X-ray Absorption Beamline", *Journal of Synchrotron Radiation* **16** (2009) 283-292

I. Description de la ligne

Une description complète et illustrée de la ligne peut être trouvée sur le site web de la ligne : http://www.esrf.fr/exp_facilities/BM30B/BM30Bb-en.html

L'optique

L'ensemble des moteurs des éléments optiques est récapitulé Figure 1, ainsi que le trajet du faisceau : faisceau blanc, le faisceau blanc sans les hautes énergies, le faisceau monochromatique.

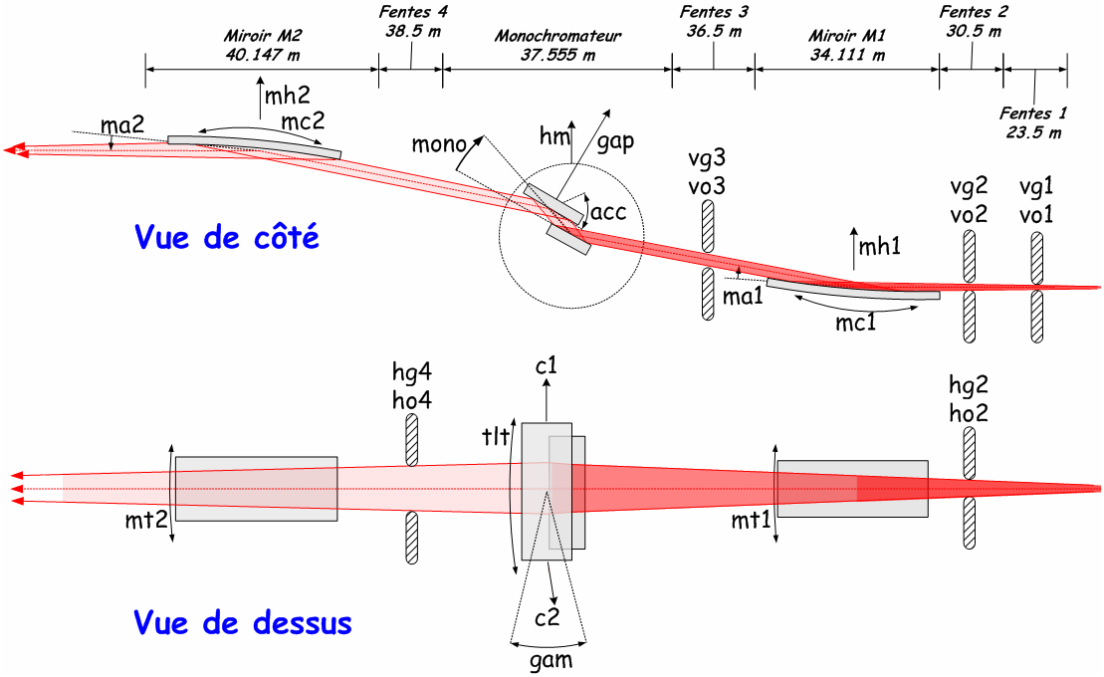


Figure 1. Schéma de principe de la ligne

Le schéma de la ligne peut être également représenté en analogie avec la représentation en optique géométrique à l'aide de lentilles convergentes et de diaphragmes (Figure 2).

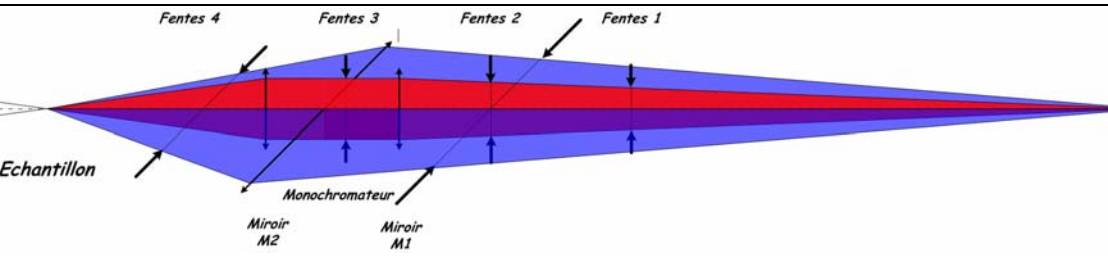


Figure 2. Analogie avec l'optique géométrique

Fentes de délimitation de faisceau

Fentes propres à l'optique, fentes dites « Patisson »

- 1 moteur par lèvre, (`su`(p)`1`, `sd`(own)`1`, `sf`(ront)`1`, `sb`(ack)`1`...).
- 2 pseudo-moteurs pour délimiter le gap (`hg1`, `vg1`...) et l'offset (`ho1`, `vo1`...)

Fentes propres à l'expérience « JJ-Xray »

- 1 moteur pour le gap (`hg5`, `vg5`...)
- 1 moteur pour l'offset (`ho5`, `vo5`...)

Ouvertures et offset des fentes

pour avoir accès aux valeurs des positions de toutes les fentes, taper wl :

```
1790.EXAFS> wl

                vg1       vo1       vg2       hg2       vo2       ho2
   User      4.8000    0.1800    4.5000   70.0000    0.4263    0.0000

                vg3       vo3       hg4       ho4       vg5       hg5
   User      4.6025   19.9138    6.0775   10.7538    2.0000    3.1975

                vg6       hg6       vg7       hg7       vg8       hg8
   User      3.0000    3.0000    1.7350    3.0000    2.0000    4.8350
```

Figure 3. Fentes « Patisson » (gauche) et JJ X-ray (droite)

Monochromateur

Le monochromateur est un « deux-cristaux sortie libre » (pseudo-channelcut). Le 2nd cristal est courbable, autorisant une focalisation sagittale (horizontale) dynamique.[1]

Pour avoir accès aux paramètres du monochromateur, taper we

```
1791.EXAFS> we
          mono       acc       foc       gam       tlt        c1        c2       gap
Motor    8.7480    1.0316    0.6499   -0.8776   -0.0171    0.7006    0.5993    7.660
Encoder            17.870               9.638    17.392    -9.879    11.866
           hm        ht
Motor  -268.8475   -12.1978
Encoder
E=    13.0000 Kev
```

pseudo-moteur : foc=(c1+c2)/2

Le refroidissement du 1er cristal est effectué par de l'azote liquide, *via* des tresses en cuivre de manière à filtrer les vibrations. La température du 1er cristal s'établit alors à environ -175°C, en fonction de l'intensité du courant dans l'anneau et de l'ouverture des fentes. Deux résistances chauffantes, situées de part et d'autres du cristal permettent de réguler la température à -165°C. La qualité du refroidissement est primordiale, et à cette température, la conductivité thermique du silicium est maximale, sa dilatation minimale. L'effet d'un échauffement peut effectivement se traduire par un « bump », un gonflement, thermique, préjudiciable, puisque qu'il entraîne une augmentation de la divergence du faisceau diffracté

[1] Pour plus de détails sur la focalisation sagittale, *cf.* l'article : Hazemann J.L., Nayouf K. and de Bergevin F., « Modelisation by finite elements of sagittal focusing » *Nucl. Instr. and Meth. B*, **97** 547-550 (1995)

par le 1er cristal. Le 2nd cristal ne peut pas alors accepter simultanément tous les rayons, la résolution en énergie se dégrade et la brillance maximale du monochromateur se détériore[2].

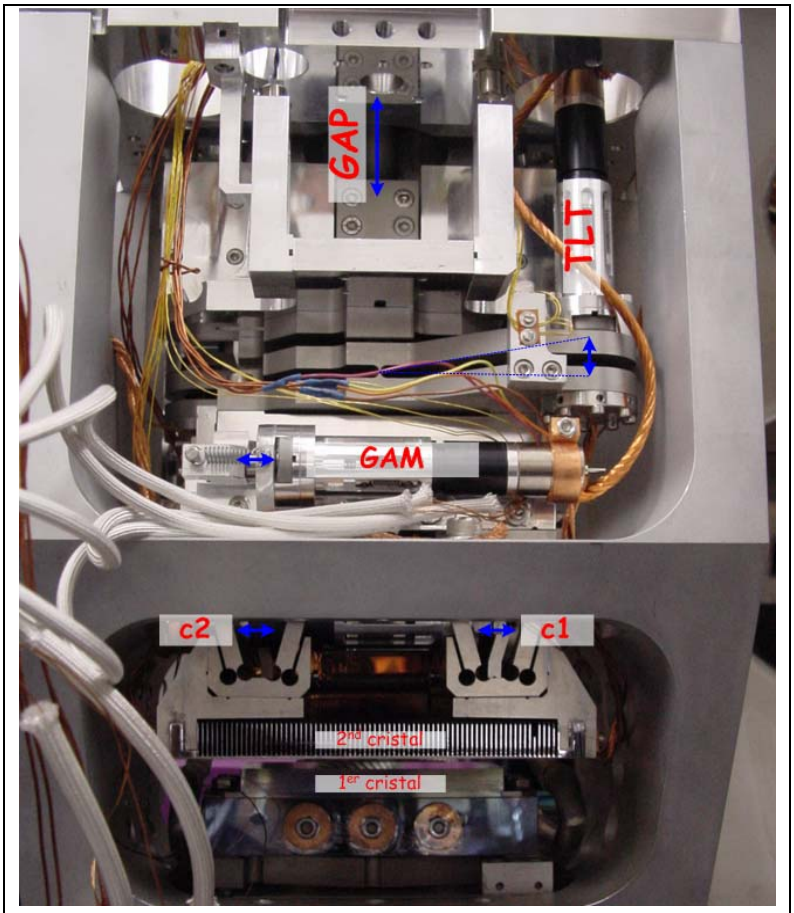


Figure 4. Montage des deux cristaux du monochromateur

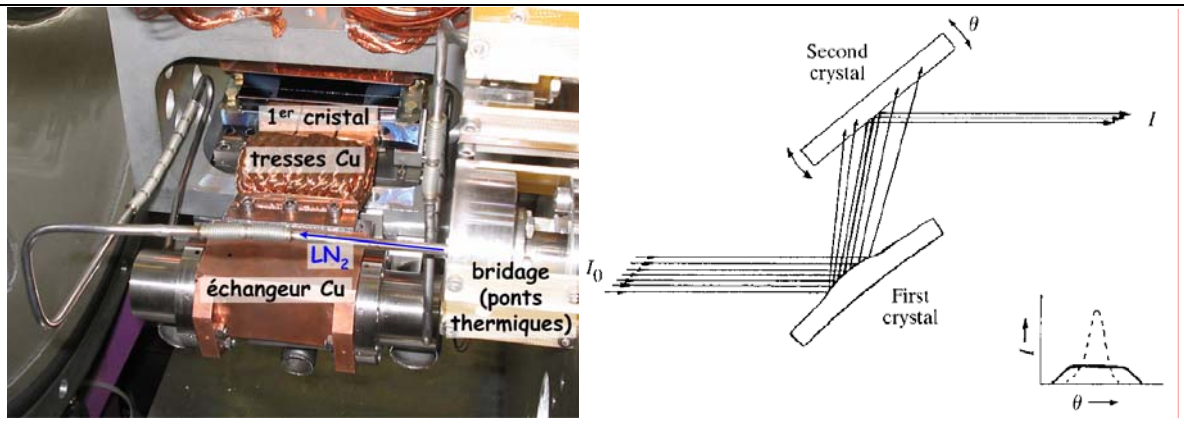


Figure 5. Refroidissement du premier cristal. Montage (gauche) et schématisation des effets d'un mauvais refroidissement (bump thermique, droite)

pour plus d'infos, cf. la rubrique « Réglage du monochromateur »

[2] La Figure 5 (droite) est issue de l'article de Donald H. Bilderback, Andreas K. Freund, Gordon S. Knapp and Dennis M. Mills, "The historical development of cryogenically cooled monochromators for third-generation synchrotron radiation sources", *J. Synchrotron Rad.* **7** (2000). 53-60

Miroirs

Les angles d'incidence des miroirs peuvent varier de 3 à 7 mrad, en fonction de l'énergie de coupure désirée (cf. le § « Choix de l'angle d'incidence des miroirs » dans le chapitre « Réglage de la ligne »).
1er miroir : collimation du faisceau sur le 1er cristal du monochromateur
2nd miroir : focalisation verticale sur l'échantillon

Pour avoir accès aux paramètres des miroirs, taper `wq` :

```
1792.EXAFS> wq
          mh1       ma1       mt1       mc1       mh2       ma2       mt2       mc2
Motor     0.4000    4.0000    -0.0500   127.8860  62.9240   4.0000    2.0000    84.9877
Encoder                                 84                                      108
Delta T M1     =  0.51 degree C
Setpoint T M1  =     0 degree C
Temp Ga      M1 = 17.74 degree C
Temp chiller   = 6.0 degree C
```

paramètres du chiller M1 dans OH1

Le refroidissement du miroir est effectué via un alliage liquide qui permet de filtrer les vibrations pouvant être apportées par le circuit d'eau réfrigérée.

Pour changer la température de consigne du chiller de M1 :

```
p _neslab_write("REGULM1" , "SS" , temperature )
```

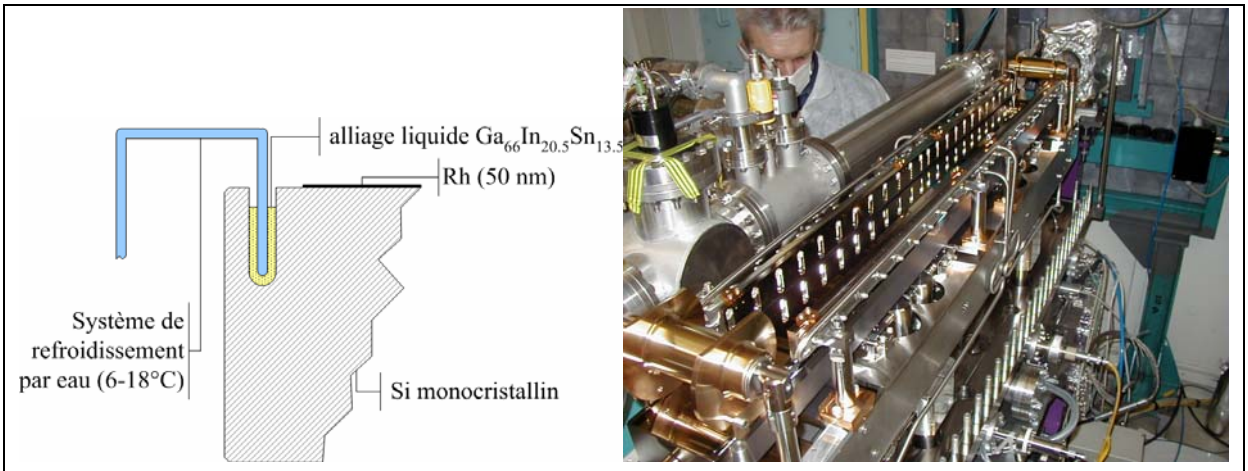


Figure 6. Premier miroir. **Gauche**. Schéma de principe du refroidissement. **Droite**. En cours d'installation, avant la pose de l'enceinte. Appuis du courbeur en laiton, barres de refroidissement et barreau de silicium recouvert de rhodium

Pourquoi… l'intensité du faisceau n'est-elle pas uniforme ?

L'intensité du faisceau à l'écran n'est pas uniforme et on peut schématiquement observer :

- verticalement, de nombreuses lignes contrastées,
- horizontalement, des ondulations assez larges.

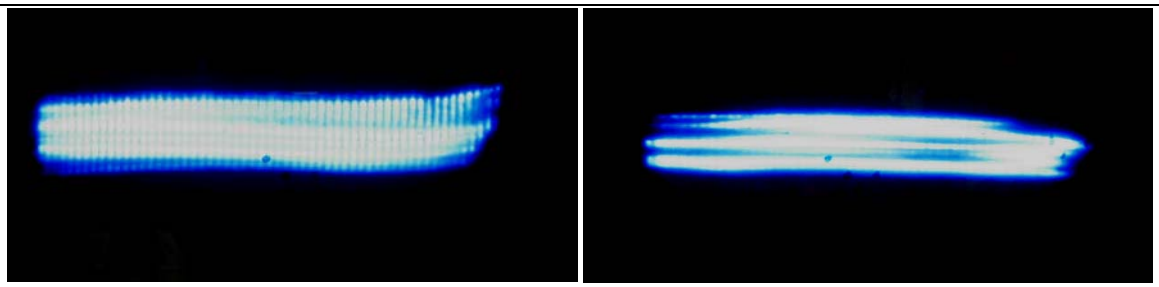


Figure 7. Images du faisceau à l'écran en présence de fentes au point focal, verticales (gauche) ou horizontales (droite)

Les lignes verticales sont dues aux ailettes du 2nd cristal du monochromateur qui servent à le rigidifier dans une direction et donc à limiter l'effet anticlastique. La présence d'une ailette perturbe la surface diffractante du cristal : contraintes résiduelles qui modifient la distance interplanaire, rayon de courbure très différent… les propriétés de diffraction de ce 2nd cristal varient selon la direction horizontale.
Les lignes horizontales sont dues aux fluctuations de la forme des miroirs focalisants par rapport au profil idéal. Pour compenser la courbure des miroirs sous leur propre poids, des contrepoids sont utilisés (4 paires par miroir). L'erreur de pente résultante est de l'ordre de 2µrad. Cette valeur est faible mais engendre malgré tout des fluctuations légères des propriétés de réflectivité des miroirs, principalement visibles lorsque l'on ferme les fentes dites verticales au voisinage du point de focalisation verticale (photo de droite)

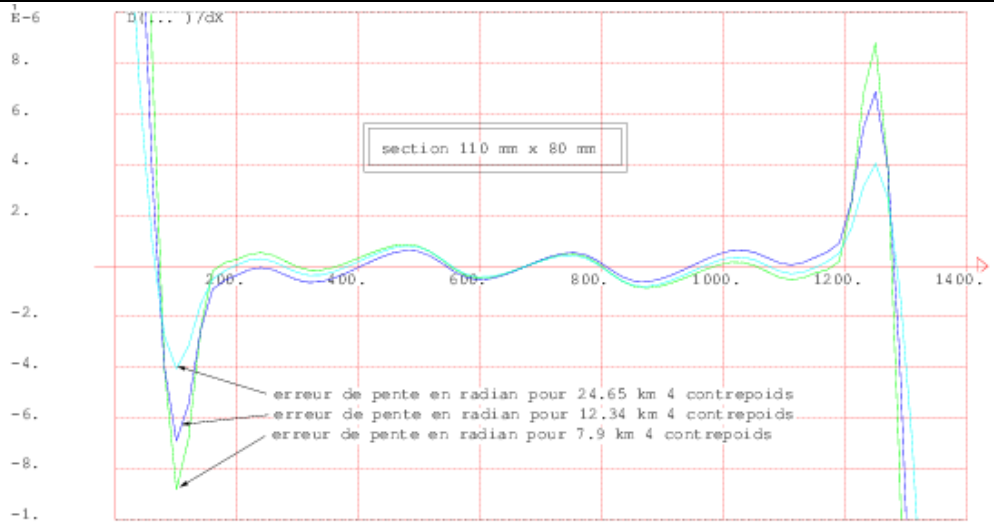


Figure 8 Effets des contrepoids sur l'erreur de pente des miroirs (P. Jeantet, SERAS)

Les stations d'expérience

La cabane d'expérience est divisée en 3 stations:

- La station XAS "classique"
- Le spectromètre à cristaux analyseurs
- Le montage Kirkpatrick-Baez pour les mesures en micro-faisceau

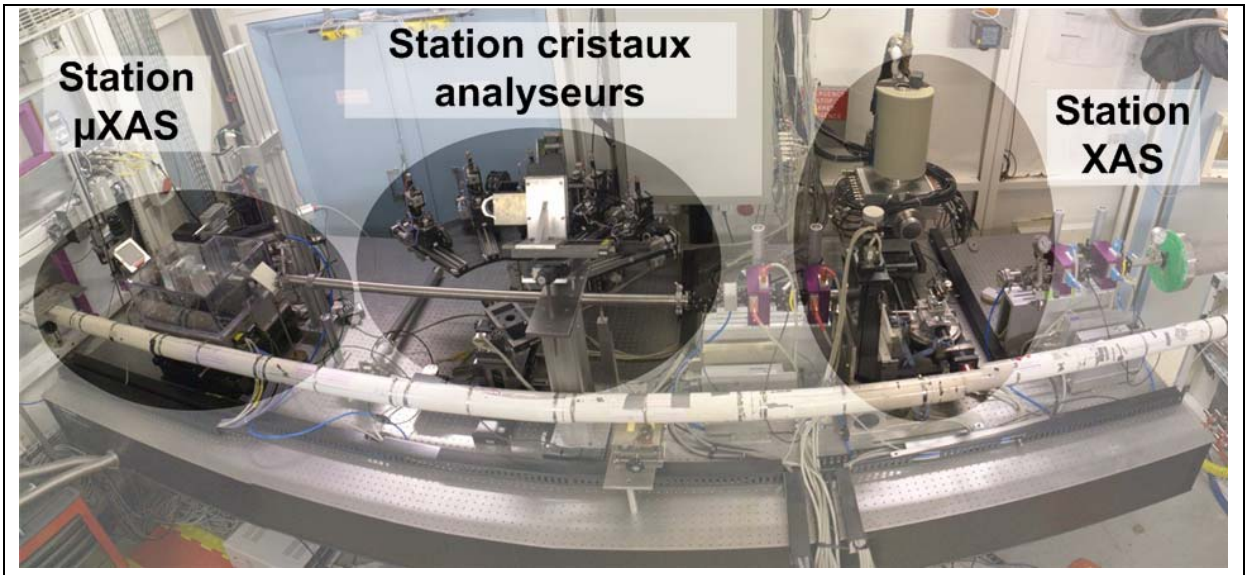
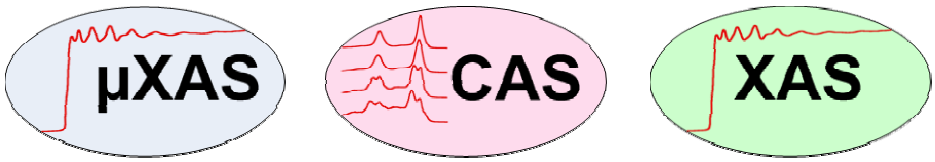


Figure 9. Cabane expérimentale

Dans la suite du mode d'emploi, l'utilisation de ces trois stations sera successivement détaillée. Nombre d'opérations sont communes (la définition des paramètres de scan par exemple), d'autres plus spécifiques. ces dernières seront notées par les logos suivants:



II. Démarrage d'une expérience

Toutes les opérations nécessaires au lancement d'une expérience s'effectuent dans la session EXAFS. Si aucune session n'est lancée, cf. Redémarrage de la session EXAFS *dans le §* Dépannage de la ligne.

Ouverture du faisceau

Les portes des différentes hutchs étant fermées (PSS interlocked), il faut manœuvrer les shutters pour avoir le faisceau :

`shop 1` (shutter OH1)
`shop 2` (shutter EH2)

Fermeture du faisceau

Il ne faut jamais fermer le front-end sans l'accord de FIP. En cas de problème sur l'optique (température du 1er miroir qui augmente par exemple), c'est l'absorbeur qu'il faut fermer pour couper le faisceau, cf. § Dépannage de la ligne / Ouverture du faisceau.

Pour pouvoir accéder dans les hutchs de FAME:

`shcl 1` (shutter OH1)
`shcl 2` (shutter EH2)

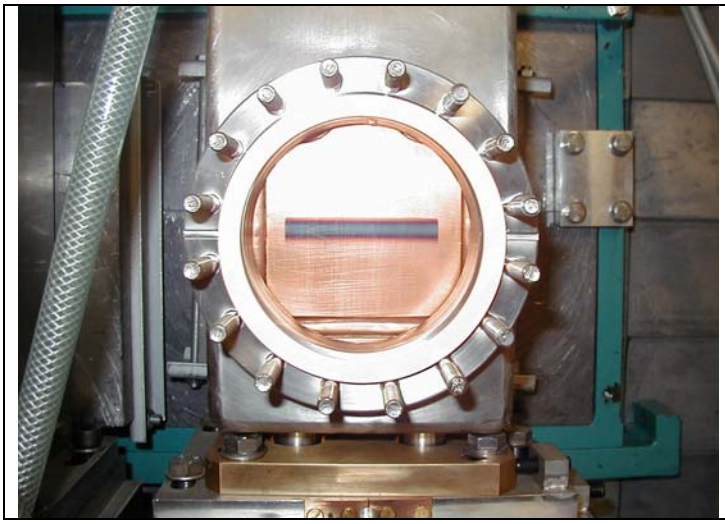


Figure 10 Shutter dans OH1 (impact du faisceau blanc sur le bloc de cuivre refroidi)

Paramètres de la session EXAFS

Pour avoir accès aux principaux paramètres qui définissent la session EXAFS, il faut taper :

`m` (pour *menu*)

Pour changer les différentes valeurs, taper les lettres en caractère gras et bleu.

Paramètres des fichiers

Save and **R**ead settings : permet de mémoriser et de lire l'ensemble des paramètres de la session EXAFS dans un fichier « .set » (ici, Br.set).

data file : nom du fichier où seront sauvegardés tous les spectres

ex. `exafs.26Feb09` dans dossier `data`

De plus, tous les spectres EXAFS seront sauvegardés dans un fichier séparé : pour chaque spectre, le détail des coups de fluorescence (fenêtre SCA1) mesurés par chacun des 30 éléments du Canberra est effectué.

ex. `exafs.26Feb09.canb` dans dossier `data`

Pour avoir en plus le détail des coups totaux mesurés pour chaque élément (SCA2), il

faut le préciser à ce niveau là (`save` **SCA2** `<YES>` ou `<NO>`).

file : entête du nom de fichier sous lequel seront séparément sauvegardé tous les spectres EXAFS, l'indexation (**index**) étant automatique

ex. prochain spectre : `BRDT61.DAT` dans dossier `EXAFS`

*N.B. Cet enregistrement séparé n'est actif que si l'**auto** save est actif*

```
EXAFS SETUP

°°°
```

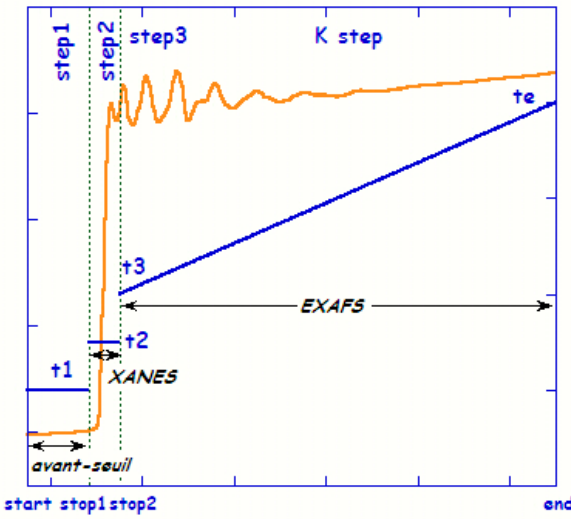
Paramètres de mesure

Choix des différents détecteurs et définition de la mesure d'abs1 et d'abs2. Ce choix est crucial pour la définition des différents moniteurs (en général, il ne faut rien changer). Pour la définition d'abs1 et d'abs2, cela est moins grave car l'ensemble des détecteurs sont sauvegardés donc il est toujours possible de recalculer une absorption différemment de ce qui est initialement prévu.
Offsets : le retrait des offsets sur les diodes est automatique ; c'est à ce niveau qu'il est possible de les mesurer (indispensable après avoir changé de gamme sur les détecteurs).
Check **B**eam : sécurité permettant d'arrêter une acquisition s'il n'y a plus de faisceau ou si la température du monochromateur augmente trop

Paramètres de scan

Le **scan** EXAFS peut être défini en 3 zones (**area**) maximum
- avant-seuil (area 1) : de **start** à **stop1**, pas de **step1**, temps de comptage **t1**
- seuil (area 2) : de **stop1** à **stop2**, pas de **step2** avec un tps de comptage **t2**
- zone EXAFS (area 3) : de **stop2** à **end** par pas de **step3** (constant en énergie) au début et de **K** (constant en vecteur d'ondes) dès que possible, avec un tps de comptage croissant de **t3** à **te**

Ces paramètres de scan peuvent être sauvegardés ou lus sous la forme d'un fichier « .scan ». Attention : lorsque l'on sauvegarde une session (ici **Br.set**), c'est le fichier sauvegardé de scan qui est associé (ici **Br.scan**) et non l'ensemble des paramètres.




```
                EXAFS SCANS SETTINGS
°°°
```

⚠ A ce niveau, SPEC ne gère pas les caractères autres que ceux qu'il attend. Il ne faut pas, par exemple, indiquer les unités des grandeurs quand cela n'est pas explicitement demandé. Spec n'aime pas non plus lorsque l'on efface des caractères pour en remettre d'autres (si à l'écran cela paraît correctement écrit, en pratique il y a beaucoup de caractères parasites) En pratique, cela ne l'est que pour l'indication de fin du spectre (end) qui peut être donné soit en énergie (préciser Kev) ou en vecteur d'ondes (préciser A-1). Une fausse manœuvre peut complètement bloquer le système du scan.

Il est possible de lire directement un fichier de paramètres de scan, sous le prompt EXAFS :

`exafsscan Br`, (sans l'extension « .scan ») pour garder le même exemple que précédemment, si le fichier Br.scan n'est pas erroné. Si c'est le cas, ne pas hésitez à relire un tout autre fichier (Cu.scan …) correct, pour débloquer la situation, et ensuite re-rentrer « à la main » les paramètres désirés.

Différents détecteurs

Seconds : temps de comptage
Mesures des intensités des faisceaux transmis, *via* des diodes en silicium, **monitor** (I_0), après l'échantillon (**I1**) et après la référence **I2**).
dum : compteur « ajustable » (ici, la température du 1er cristal du mono)
icr : nombre de coups total reçus par un détecteur du Canberra, B5
abs1 et **abs2** : coefficients d'absorption définis dans le menu (**m**)
canb : nombre de coups de fluorescence mesurés pas les 30 détecteurs
canb1 : nombre total de coups mesurés pas les 30 détecteurs

Pour avoir accès aux différentes valeurs des détecteurs

`ct` (1 seconde par défaut)
`ct n` (n secondes)

```
1434.EXAFS> ct 1
Thu Feb 27 15:47:06 2003
     Seconds = 1
     Monitor = 7.7071e6 (7707/s)
          I1 = 957423 (9574/s)
          I2 = 639543 (6395/s)
         dum = -180.872 (-180.872/s)
         icr = 7 (7/s)
        abs1 = 1.24225 (1.24225/s)
        abs2 = 0.403535 (0.403535/s)
        canb = 142641 (142641/s)
       canb1 = 355958 (355958/s)
        temp = 0 (0/s)
        pres = 0 (0/s)
```

Pour pouvoir visualiser, en plus des autres détecteurs, le nombre de coups de fluorescence et nombre total de coups mesurés par chaque élément du détecteur multi-éléments Canberra :

`ctl`

La répartition des nombres de coups par détecteur (D1, D3, D6…) n'est pas aléatoire : elle suit la distribution spatiale des éléments sur le nez du Canberra.

Le détecteur Canberra reste linéaire lorsque le nombre total de coups mesurés par chaque élément est inférieur à 30 000 cps/s (shaping time : 500 ns) ou 80 000 cps/s (shaping time : 125 ns). Si ce n'est pas le cas, différentes solutions s'offrent à nous, par ordre d'importance et en fonction des « écoles » :

1) Limiter l'influence du faisceau diffusé en mettant des masques en plomb pour que le Canberra ne « voit » que la fluorescence de l'échantillon (ce qui est toujours valable, même lorsque le détecteur ne sature pas.

2) Eloigner le détecteur (mvr ttd n), i) l'air jouant un rôle de filtre et ii) l'intensité du

faisceau diffusé (minimum à 90° du faisceau incident) étant alors minimum

3a) Mettre des filtres : filtres Al (devant le Canberra, pour atténuer l'ensemble des coups), filtres spécifiques (le plus près possible de l'échantillon, pour atténuer plus spécifiquement l'intensité de certains photons de fluorescence). Inconvénient : le signal mesuré est d'autant plus perturbé (augmentation du faisceau diffusé principalement) que l'absorbance des filtres sera grande. Deux séries de filtres spécifiques sont sur la ligne, correspondant respectivement à 3 et à 6 longueurs d'absorption (3µ et 6µ).

3b) Fermer les fentes 4 (`mvr hg4 -5`) jusqu'à ce que le détecteur ne sature plus. Inconvénient : il ne faut pas trop fermer (minimum ≈ 10 mm) car la non-saturation du détecteur s'obtient au détriment de la statistique sur I_0.

La position du détecteur et le nombre de filtres sont optimisés pour un certain courant dans l'anneau, surtout pour des modes de faisceau comme le 16bunchs. Lorsque l'on effectue une série de spectres sur le même échantillon pour améliorer la statistique, il est nécessaire de ré-optimiser tous les 2 spectres environ, en enlevant 1 ou 2 filtres (pour retrouver le nombre de coups/sec maximum autorisé). Il est nettement préférable de ne pas rapprocher le détecteur pour effectuer cette nouvelle optimisation, de manière à ne pas changer la fraction de l'angle solide vue par le Canberra.

La présence d'une raie blanche au niveau du seuil d'absorption doit être impérativement prise en compte lors de l'optimisation.

```
1435.EXAFS> ctl 1
Thu Feb 27 15:47:24 2003
     Seconds = 1
     Monitor = 7.706e6 (7706/s)
          I1 = 956932 (9569/s)
          I2 = 638843 (6388/s)
         dum = -180.798 (-180.798/s)
         icr = 28946 (28946/s)
        abs1 = 1.24176 (1.24176/s)
        abs2 = 0.404107 (0.404107/s)
        canb = 143187 (143187/s)
       canb1 = 356336 (356336/s)
        temp = 0 (0/s)
        pres = 0 (0/s)
D1: 13567 | D3: 13901 | D6: 18889 | A5: 15013 | A3:           : 10867 |
    26789 |     32678 |     30753 |     29091 |     25671 |     28176 |
D2: 14098 | D5: 16364 | D7: 15603 | A6: 12456 | A4: 12423 | A2: 12141 |
    28456 |     30666 |     32143 |     29087 |     25432 |     28019 |
D4: 17507 | C6: 12098 | D8: 17845 | B8: 12924 | A6: 19086 | B4: 14640 |
    26675 |     31167 |     31908 |     28073 |     34567 |     27191 |
C2: 13098 | C4: 13094 | C7: 12467 | B7: 13671 | B5: 12902 | B2: 11098 |
    31509 |     31780 |     27561 |     27456 |     30917 |     27114 |
C1: 22427 | C3: 14897 | C5: 12114 | B6: 11063 | B3: 14150 | B1: 10891 |
    32151 |     31908 |     31907 |     31860 |     29178 |     30189 |
```

coups de fluorescence (SCA1)

coups totaux (SCA2)

Pourquoi… l'avant-seuil d'un spectre mesuré en fluorescence décroît ?

Le spectre XAS est mesuré en mode fluorescence en intégrant l'intensité du pic de fluorescence Kα (pour un seuil K) dans la fenêtre « SCA1 » programmée en conséquence. Or, quelques centaines d'eV avant-seuil, le pic caractéristique des photons diffusés élastiquement et inélastiquement, dont la position moyenne est directement corrélée à l'énergie des photons incidents sur l'échantillon, « mord » dans cette fenêtre, donnant ainsi des coups dans la fenêtre d'intégration.
Plus l'énergie des photons incidents augmente, en se rapprochant du seuil d'absorption, plus la position du pic diffusé se décale vers les hautes énergies. Le nombre de coups dans la fenêtre « SCA1 » diminue… jusqu'à l'arrivée du pic de fluorescence proprement dit.
Cette évolution est d'autant plus vraie que :

- la concentration de l'élément est faible
- la fraction de faisceau diffusé est importante (d'où la nécessité d'avoir un échantillon le plus transparent possible même en fluorescence).

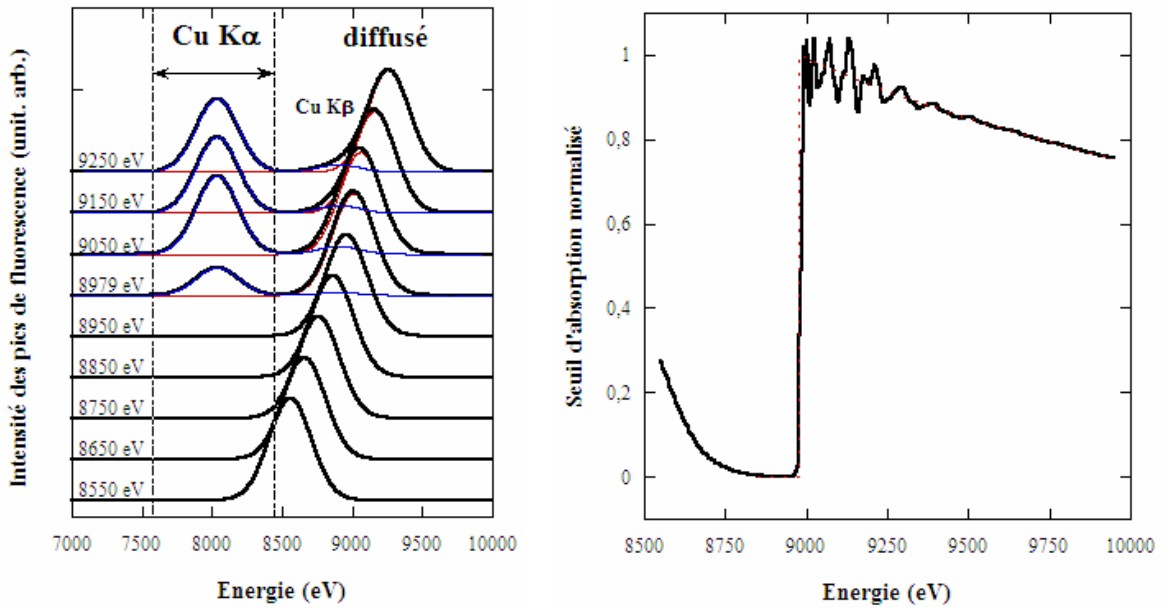


Figure 12. Evolution schématique des contributions au signal mesuré par le détecteur de fluorescence (gauche). Conséquence sur l'avant-seuil du spectre XAS mesuré en mode fluorescence.

Commandes utiles

Changement d'énergie / obtention de l'énergie

`moveE E` (keV)

`getE`

```
1794.EXAFS> getE
E = 13 keV, 0.953725 Angstroms
```

Arrêt d'un scan : **Ctrl C**

Pour sauver un scan dans un fichier séparé :

`save_scan` (itération automatique en fonction du nom générique fixé dans le menu, par exemple **BRDT61.DAT** dans le cas présenté)

`save_scan TEST.DAT` (pour imposer un nom, ici **TEST.DAT**)

Mouvements d'un moteur / scan

`dscan motor -x y interval time` (scan relatif, `x` et `y` en mm, `time` en sec.)

ex. `dscan he -3 3 30 1`

`ascan motor x y interval time` (scan absolu)

ex. `ascan he 0 6 30 1`

`mvr motor x` (déplacement relatif)

ex. `mvr he -3`

`mv motor x` (déplacement absolu)

ex. `mv he 3.5`

ex. `mv he CEN` (après un scan, position du barycentre du pic)

ex. `mv he pl_xMAX` (après un scan, position du maximum du pic)

Choix du détecteur pour l'affichage

1) Avant le démarrage de l'acquisition :

`plotselect` detector

ex. `plotselect abs2`

2) Une fois l'acquisition terminée :

`plotselect` detector

`plot` (pour actualiser l'affichage du scan écoulée)

3) En cours d'acquisition

Utiliser les boutons du clavier F1 (1er compteur déclaré) à F12 (12ème compteur)

F1	I_0	F2	I_1	F3	I_2	F4	dum	F5	icr	F6	abs1
F7	abs2	F8	canb	F9	canb1	F10		F11		F12	

Positionnements de l'échantillon, du détecteur XAS...

échantillon

tte : translation transverse
he : hauteur
re : rotation

be1 : berceau transverse
be2 : berceau longitudinal

détecteur

ttd : translation transverse

table EXAFS

ht : hauteur

tt : translation transverse (sensible !)

écran fluorescent

hcam : hauteur de la caméra

hfluo : hauteur de l'écran + caméra
ttfluo : translation de l'écran + caméra

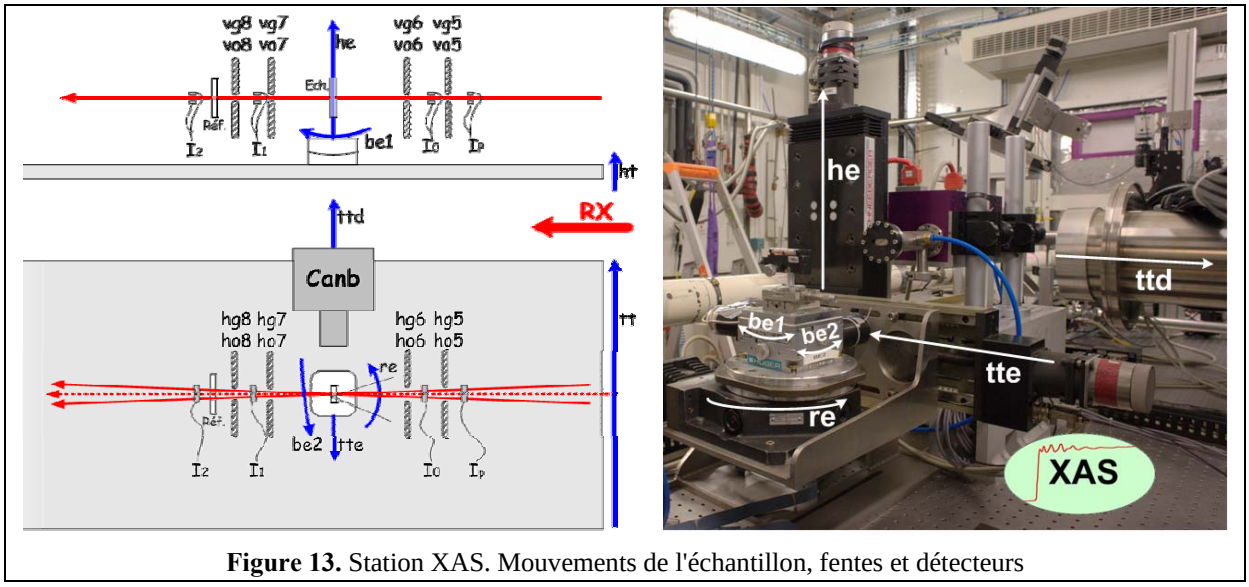


Figure 13. Station XAS. Mouvements de l'échantillon, fentes et détecteurs

Exemple : réglage de la hauteur de l'échantillon en mode fluorescence

```
moveE E_après-seuil
plotselect canb
```

`dscan he -5 5 25 1`

`mv he CEN` (centre du pic caractéristique de l'échantillon : attention à bien vérifier que la valeur du CEN, affichée dans le graphique, correspond réellement au centre de l'échantillon)

Pour avoir accès à toutes les positions des moteurs « échantillon », taper `ws`

```
1793.EXAFS> ws
                    he          tte          be1          be2          re
   User         0.0000       0.0000       0.0000      -1.7650      0.0000
                  hcam        hfluo       ttfluo
   User       -60.3684      -2.1128       0.1352
```

Paramètres des réglages de la ligne…

Lorsque les réglages de la ligne sont finis, il est souhaitable d'imprimer toutes les positions et valeurs significatives des éléments optiques de la ligne, à l'aide de la commande `wsettings` dans la session EXAFS :

```
929.EXAFS> wsettings
PRINTER LOGFILE at Tue Feb  1 13:35:16 2005 from fame
          mono         acc         foc         gam         tlt          c1          c2         gap
Motor    16.0942      6.1818      0.4619     -0.2509     -0.0592      0.4831      0.4407      7.7497
Encoder               11.552                  12.709      20.924      16.375      7.49
            hm          ht          tt
Motor     28.8121    -11.9800    -1.0500
Encoder                                          monochromateur
E=    11.6468 Kev

           mh1         ma1         mt1         mc1         mh2         ma2         mt2         mc2
Motor      1.0800      4.0000      0.0000      4.9790     62.7426      4.0000      0.0000    195.5246
Encoder                                        68                                             170
Delta T M1     =  0.37 degree C                          miroirs
Setpoint T M1 =    10 degree C
Temp Ga     M1 = 15.07 degree C
Temp chiller   = 10.0 degree C

                    vg1         vo1         vg2         hg2         vo2         ho2
   User          4.0003      0.3713      4.4999     50.0000      0.6225      0.0000

                    vg3         hg3         vo3         ho3         hg4         ho4
   User          9.9975     55.0000     21.4838      1.7437     49.9999      0.8000

                    vg5         hg5         vo5         ho5         vg6         hg6
   User          2.0000      6.0000     -0.0000     -2.9500      2.0000      7.0050

                    vo6         ho6                  fentes
   User          0.0000     -2.8000

Mono d-spacing : 1.920040              nature des cristaux
Exafs table    : moves  GAPOFFSET=0.000000
acc            : doesn't move     configuration des mouvements du monochromateur
Energy range   : 11.6-12.7 keV      domaine en énergie des spectres EXAFS
                          paramètres de focalisation :
    Energy         C1[enc]              C2[enc]             ACC[enc]             GAM[enc]
16 11.5008  0.478204[  16.329]  0.435371[  7.4309]  6.18176[ 12.8213]  -0.250947[ 12.7196]
17 11.9995  0.495053[ 16.5641]  0.453677[ 7.66952]  6.18176[ 13.2376]  -0.250947[ 12.7215]
18 12.4995  0.514133[ 16.8374]  0.469069[ 7.87214]  6.18176[ 13.2402]  -0.250947[ 12.7207]
19 13.0003  0.533054[ 17.1068]  0.484073[ 8.07058]  6.18176[  13.271]  -0.250947[ 12.7205]
```

Quelques macros simples

Estimation du « bruit » absolu de la ligne

`do noise` (macro : bruit sur I_0)

ou `noise I0 .1 10` (bruit sur I_0, 0,1s/pt pendant 10s, soit 100pts)
ou `noise I1 I0 1 50` (bruit sur I_1 et I_0, 1s/pt pendant 50s)

En fonction de l'énergie, du remplissage de l'anneau et de la stabilité de la ligne, le « noise » sur I_0 varie de 0,02 à 0,1% environ. Une fois le noise mesuré pour un détecteur, il est possible de l'obtenir directement pour d'autres détecteurs :

`snoise abs1` (noise sur abs1)
`snoise allcanb` (noise sur tous les détecteurs du Canberra)

Estimation du saut d'absorption

`do nbc`

Contraste entre le nombre de coups 50 eV avant et 50 eV après le seuil.

La valeur de l'énergie du seuil est celle qui est indiquée dans les paramètres de scan.

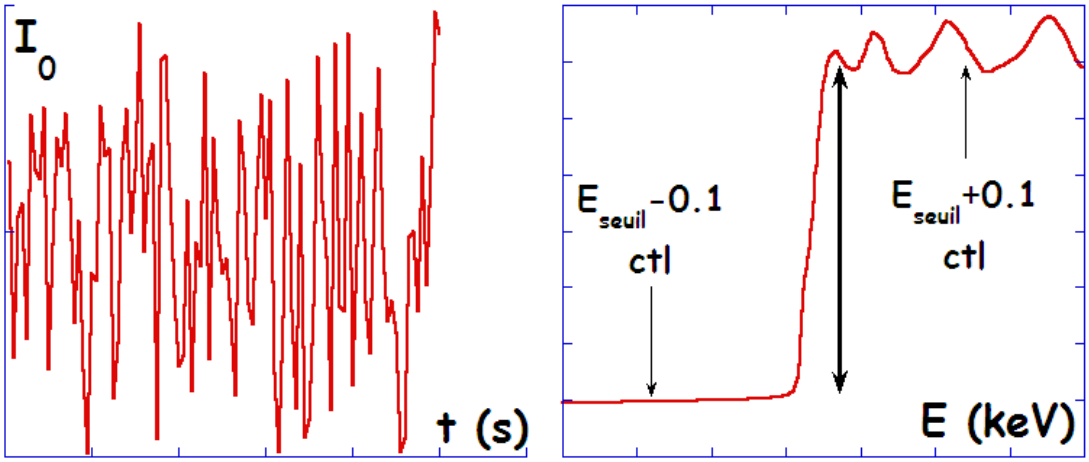


Figure 14. Estimation du bruit ("noise", gauche) et du saut de seuil ("nbc", droite)

Remplissage du séparateur de phase du monochromateur

`refill` dans la fenêtre EXAFS.

Cette commande permet de lancer le cycle de remplissage du séparateur de phase du monochromateur, cycle qui se décompose comme suit :

- fermeture de la vanne pilotable
- remplissage du séparateur
- ouverture de la vanne à 100% (pour évacuer d'éventuelles bulles d'azote gazeux) pendant un temps t (variable uniquement à partir de l'eurotherm)
- fermeture de la vanne à sa valeur initiale

Lancement de l'acquisition d'un spectre EXAFS

`exafs` (scan classique)

ou `do spectre`, macro regroupant différentes opérations, dans l'ordre :

`moveE ESTART-0.005` (on vérifie que l'on est au début du spectre)

`sleep(20)` (attente de la stabilisation)

`exafs` (lancement de l'acquisition)

`moveE ESTART-0.005` (retour au début du spectre)

Il est également possible de créer soit même une macro, simple fichier texte placé dans le répertoire « home » :

Fichier `nuit` dans `\home\fame`

```
do spectre
[…]
do spectre
```

pour lancer la macro : `do nuit`

EXAFS rapide (QEXAFS)

Pour avoir accès aux paramètres de scan en EXAFS rapide (mouvement continu du monochromateur et de tous les moteurs associés) : `qscan`

```
                QUICK EXAFS SCANS SETTINGS

°°°
```

En résumé…

Fermeture du shutter qui isole la cabane d'expérience	`shcl 2`
Ouverture de la cabane	
Positionnement de l'échantillon	Alignement « à l'œil »
Fermeture de la cabane	
Ouverture du shutter de la cabane d'exp.	`shop 2`
Alignement précis de l'échantillon	
Se mettre **après-seuil**	`do nbc`
Alignement en hauteur	Ex. `dscan he -5 5 50 .1` `mv he CEN`
Alignement latéral	Ex. `dscan tte -5 5 50 .1` `mv tte CEN`
Ne pas hésiter à visualiser ces spectres sous xmgr en fonction des différents détecteurs (I1, canb…) pour définir précisément le centre de l'échantillon	
Optimisation du détecteur de fluorescence	
Après seuil	`ctl`
Si le nombre de coups reçus par chaque détecteur (2ème ligne, en noir) est trop élevé, **éloigner le détecteur**	`mvr ttd 10 ;ctl`
Jusqu'à ce que cela soit bon. Et inversement si le nombre de coups est inférieur à cette limite	
A la fin de l'optimisation, pour connaître le nombre de « bons coups »	`do nbc`
Démarrage de l'acquisition	
Choix des paramètres de scan (si besoin)	`scan`
Lancement d'un spectre exafs	`do spectre`

III. Station micro-faisceau

Lancement de la session micro-faisceau

Les moteurs qui gèrent les miroirs de micro-focalisation se pilotent depuis une session SPEC différente de la session principale: dans une fenêtre X, taper `KB`

Principe général et implantation

Le but de la station micro-faisceau est de diminuer la taille du faisceau, en refocalisant le faisceau focalisé par l'optique principale de la ligne (Figure 15). L'image de la source du faisceau (au niveau de l'aimant de courbure) par l'optique principale de la ligne devient une source secondaire pour l'optique du KB. Pour pouvoir diminuer la taille du faisceau, il faut:

- avoir la taille de source secondaire la plus petite possible, et la mieux défini possible,
- avoir la plus grande distance possible entre la source et l'élément focalisant.

Pour cela, mieux vaut focaliser avec le monochromateur et le 2nd miroir sur les fentes 5, les plus éloignées des KB. Bien penser à changer la table focus pour cela (`setfocalpoint`). Cela permettra également d'éventuellement diaphragmer au niveau du point focal, en fermant les fentes vg5 et hg5.

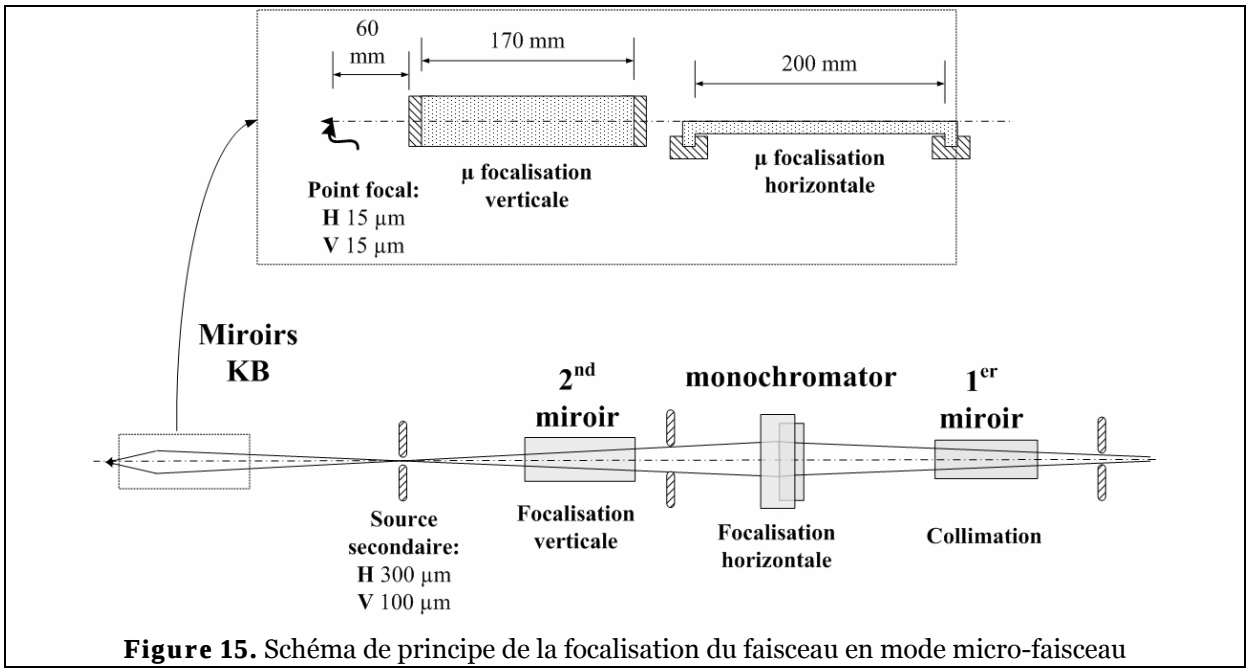


Figure 15. Schéma de principe de la focalisation du faisceau en mode micro-faisceau

Mouvements et motorisations

Les principes généraux mis en œuvre pour la conception des courbeurs sont identiques à ceux utilisés pour le courbeur du 2nd cristal du monochromateur de FAME, à savoir:

- mouvements angulaires précis par l'utilisation de charnières de type "points faibles",
- forme des miroirs en U de manière à les fixer sur les mâchoires des courbeurs à l'aide d'un alliage métallique (alliage de French), de manière à limiter au maximum les contraintes sur le miroir dues à leur fixation,
- utilisation de vérins pas-à-pas spéciaux, conçus et validés sur le monochromateur (courbures des miroirs).

Les mouvements des différents moteurs du KB sont représentés Figure 16. Pour avoir accès aux positions des moteurs, taper `wa` dans la fenêtre `KB`.

```
Current Positions  (user, dial)
     kbva     kbvtlt     kbvgam      kbvtv       kbha     kbhtlt     kbhgam      kbhtv
     kbva     kbvtlt     kbvgam      kbvtv       kbha     kbhtlt     kbhgam      kbhtv
   2.5000    -0.0689     1.0000     0.1000     2.9011     1.2500     0.0020    -0.0728
   4.0821     0.0062    -0.7449    12.1446   -17.2455     0.6805     0.0020    27.8807
    kbvc1      kbvc2      kbhc1      kbhc2      kbvtt    kbdiode    kbdetec
    kbvc1      kbvc2      kbhc1      kbhc2      kbvtt    kbdiode    kbdetec
   0.0312     0.1433     0.1881     0.0600    -1.1400     0.4800     0.0000
   0.1143    -0.1247    -0.3131     0.2148     0.3600     4.1859  1041.2200
```

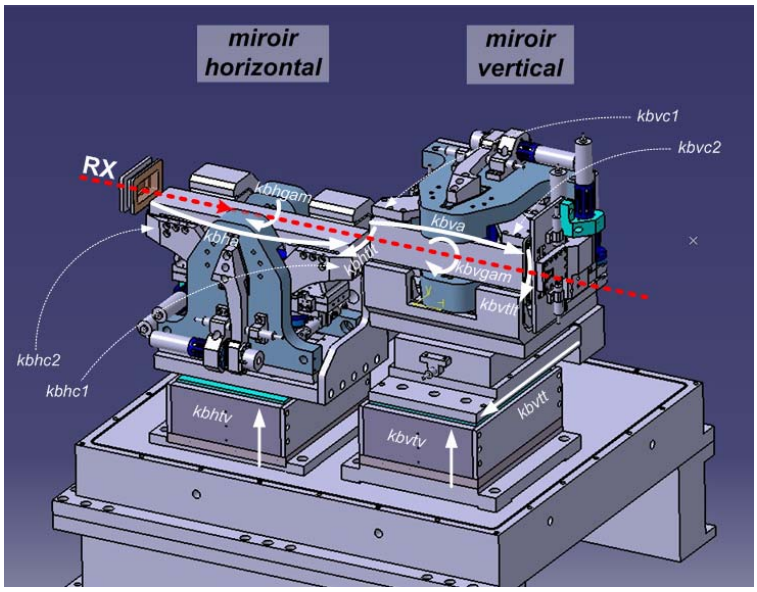


Figure 16. Montage Kirkpatrick-Baez

Cartographie de fluorescence X

Le but d'une telle cartographie n'est pas d'effectuer un simple maillage de l'échantillon en enregistrant tous les compteurs en chaque point, mais qu'en chaque point l'ensemble du spectre MCA (Multi Channel Analyzer) soit enregistré.

Mise en œuvre

Pour avoir accès au menu de dialogue du dispositif, taper `mcasetup`:

```
  M U L T I   C H A N N E L   A N A L Y S E R   S E T U P

°°°
```

Deux paramètres clés:

- `AUTO-RUN` ("disabled" dans l'exemple) qui permet de sauver automatiquement les spectres MCA durant les scans (1 spectre / point du scan). Pour l'activer taper le mot en bleu. Autre moyen pour activer /désactiver cet auto-run en ligne de commande (hors du mcasetup):

```
929.EXAFS> mcaon
930.EXAFS> mcaoff
```

- certains paramètres de sauvegarde, i.e. dossier et nom des fichiers (actuellement dossier "inclusion3" et nom de fichier "SYNTH") se choisissent en tapant "`to`" dans "`mcasetup`". Attention, il faut que le dossier existe, le programme ne le créera pas. L'itération précédée de "_" est automatique.

Exemple d'utilisation (sous forme de macro par exemple)

`moveE 9.1` (bien penser à se mettre à énergie fixe, après-seuil)

```
mcaon
mesh he 12.5 15.5 30 tte 0 3 30 1
```

(rappel: les valeurs indiquées dans un mesh sont des valeurs absolues)

```
mcaoff
```

IV. Spectromètre à cristaux analyseurs

Spectromètre à cristaux analyseurs

Sélectivité en énergie

Le principe général d'un spectromètre à cristaux analyseurs est simple: un monocristal est placé de manière à être en conditions de Bragg pour une énergie de photons données. Chaque cristal est donc un monochromateur simple cristal. La différence par rapport au monochromateur principal de la ligne est uniquement le spectre en énergie des photons incidents, spectre blanc pour la ligne (Figure 17, gauche), spectre polychromatique plus ou moins complexe pour le cristal analyseur (Figure 17, droite). Dans les deux cas la sélection se fait selon la loi de Bragg.

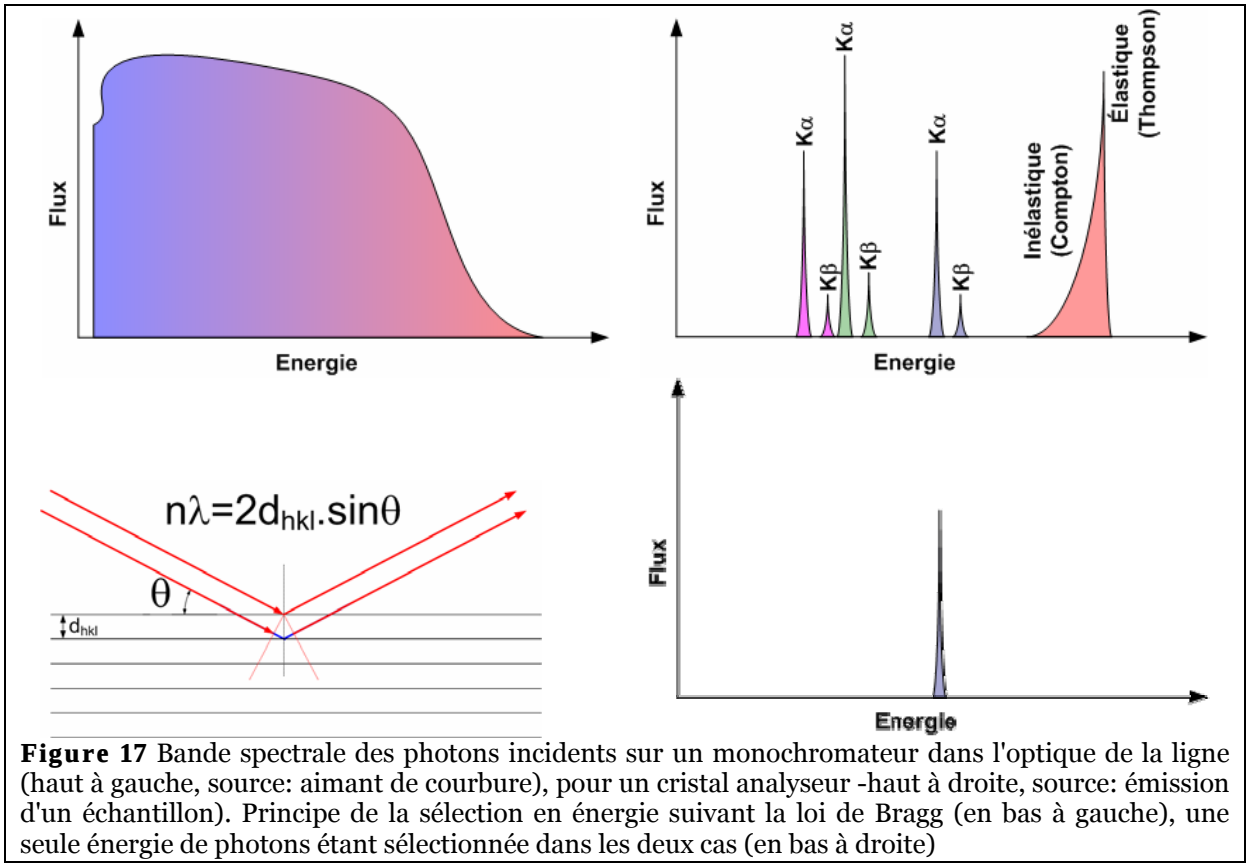


Figure 17 Bande spectrale des photons incidents sur un monochromateur dans l'optique de la ligne (haut à gauche, source: aimant de courbure), pour un cristal analyseur -haut à droite, source: émission d'un échantillon). Principe de la sélection en énergie suivant la loi de Bragg (en bas à gauche), une seule énergie de photons étant sélectionnée dans les deux cas (en bas à droite)

Géométrie de Johann

L'échantillon, le cristal et le détecteur sont situés sur un même cercle, le cercle de Rowland (Figure 18). Le spectromètre est conçu suivant la géométrie de Johann, *i.e.* le rayon de courbure du cristal est le double du rayon du cercle de Rowland.
Le cristal utilisé est placé de telle façon que la normale à la tangente passe par le point O; une autre manière de voir est de dire que cette même tangente est la médiatrice du segment [échantillon ; détecteur]. Dans cette géométrie, l'angle d'incidence α est tel que:

$$\alpha = \pi/2 - \theta = \mathrm{inv\,tan}(X_C/Z_C)$$

Cette valeur d'incidence est cependant une moyenne, et n'est valable *stricto sensu* qu'au centre du cristal. Il y a une légère erreur angulaire sur les autres points du cristal, relativement faible:

- les rayons ne se focalisent pas strictement ponctuellement (dégradation spatiale),
- l'angle étant légèrement différent, la sélectivité en énergie sera légèrement différente (dégradation spectrale).

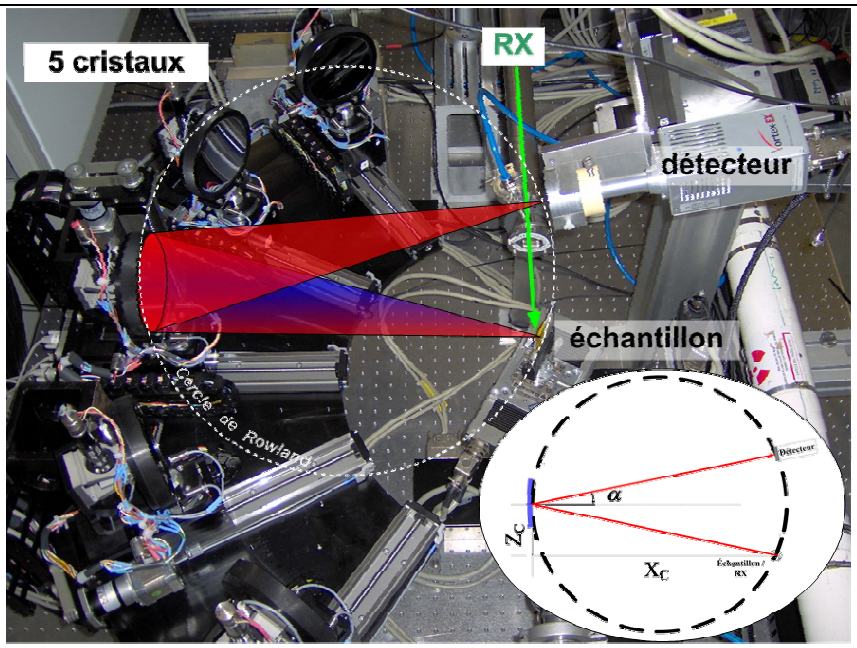


Figure 18 Géométrie de Johann – cercle de Rowland

Description du spectromètre

Mouvements

Notre spectromètre comporte 5 cristaux, en éventail autour de l'axe échantillon-détecteur. L'ensemble des moteurs du spectromètre est présenté sur la Figure 19. Les cristaux sont numérotés CA1 à CA5 dans le sens sur faisceau X incident. Chaque cristal possède 4 mouvements :

- une translation horizontale, x, de course totale 250 mm.
- une translation verticale, z, dont la course totale est de 12 mm.
- un mouvement de rotation verticale, tilt, qui permet de faire varier la position du faisceau sur le détecteur de ±2° soit ±2,86 mm (1 mm ↔ 0,702° et 1° ↔ 1,43 mm).
- un mouvement de rotation horizontale, θ, directement relié à l'angle de Bragg. θ varie sur ±1,7 mm soit ± 2° (1 mm ↔ 1,176° et 1° ↔ 0,85 mm).

L'ensemble des 5 cristaux est disposé sur une plaque possédant un mouvement de translation verticale, zeq, de 250 mm.

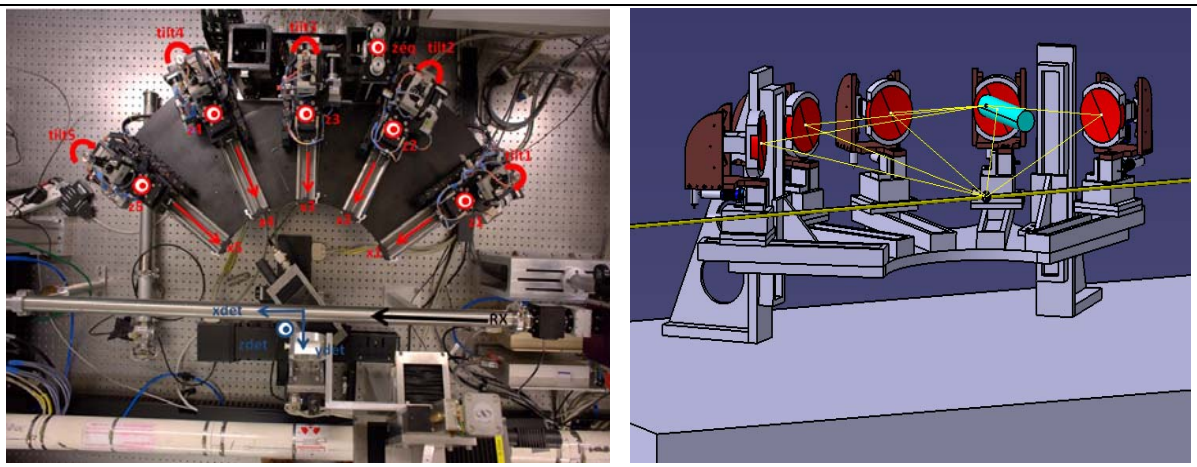


Figure 19 Spectromètre à cristaux analyseurs sur la ligne, installation (gauche) et représentation schématique (droite).

Enfin, le détecteur possède 3 mouvements linéaires suivant les 3 directions : xdet, le long du faisceau X incident ; ydet, transverse au faisceau X incident ; zdet, la translation verticale.

Les positions de l'ensemble des moteurs du spectromètre peuvent être obtenues par la commande `wcas`

```
3721.EXAFS> wcas

                 teta1       tilt1          z1          x1       teta2       tilt2
   User         0.0000     -0.0031    205.0000    457.6050     -0.2370     -1.4645

                    z2          x2       teta3       tilt3          z3          x3
   User        205.0000    435.4000      0.0000     -0.3000    205.0000    435.4000

                 teta4       tilt4          z4          x4       teta5       tilt5
   User         0.7254     -0.5500    205.0000    460.2400    38.7258      2.2505

                    z5          x5         zeq        zdet
   User        205.0000    457.8950    362.7110     45.0000
```

Pilotage des moteurs

Les moteurs du spectromètre sont contrôlés par des boitiers WAGO, qui, comme les cartes DPAP, combinent alimentation de puissance et pilotage des moteurs. Chaque boitier permet de piloter 8 moteurs. La Figure 20 montre un boitier WAGO allumé comme l'indiquent les voyants verts en haut des boitiers.

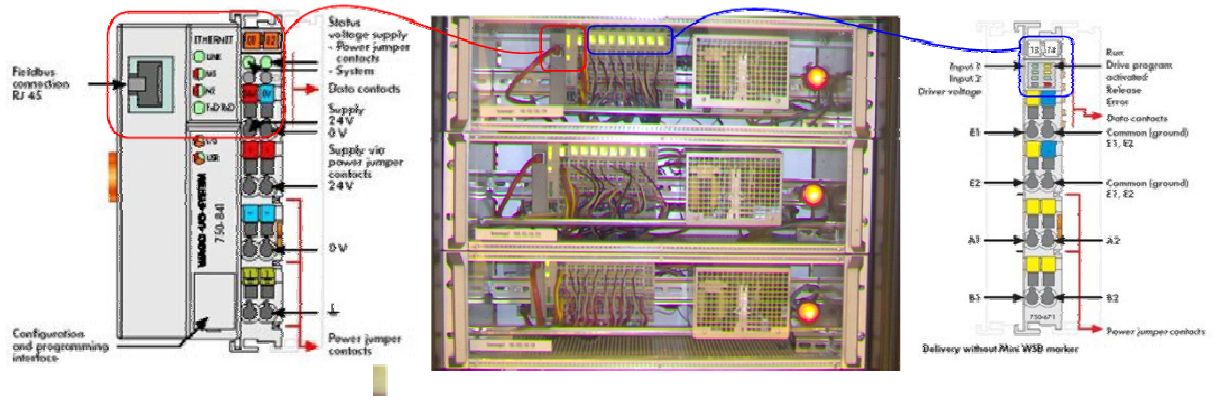


Figure 20 Boitiers de contrôle Wago. ⚠ Il faut s'assurer que les limites des différents moteurs du spectromètre ne sont pas activées avant d'allumer les WAGO.

Paramètres de l'expérience

Choix des cristaux

La valeur de l'énergie d'émission analysée dépend directement de la valeur de l'angle de Bragg, θ, et donc de l'angle de l'analyseur, $\alpha = \frac{\pi}{2} - \theta$:

$$E_{analyse} = \frac{12.39842}{2 \times d_{hkl} \times \sin(\theta)} = \frac{12.39842}{2 \times d_{hkl} \times \cos(\alpha)}$$

La Figure 21 représente pour différentes natures de cristal, l'énergie d'analyse en fonction de l'angle α de l'analyseur.

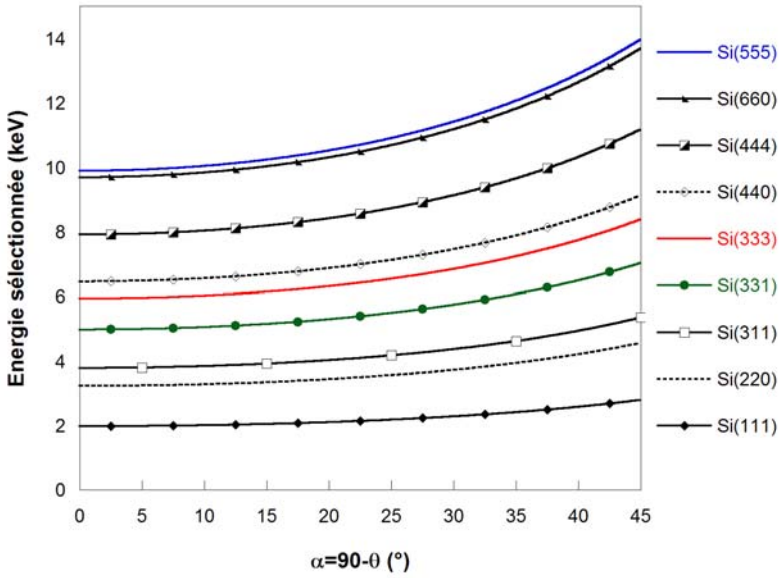


Figure 21 Evolution de l'énergie d'analyse des cristaux en fonction de l'angle α et de leur nature

Dans le cas d'un cristal idéal, la résolution en énergie s'exprime ainsi[3] :

$$\Delta E^{\alpha}_{total} = \frac{2E}{\pi R_{cristal}.\tan(\pi/2-\alpha)} \int_{-R_{cristal}}^{R_{cristal}} |\alpha-\alpha'|.\cos\left(\arcsin\left(\frac{h}{R_{cristal}}\right)\right) dh$$

où

$$\alpha' = \frac{\pi}{4} + \frac{\alpha}{2} - \frac{1}{2} \times \arcsin\left(\frac{h}{R_{cristal}}\right) - \arctan\left(\frac{\frac{1-\sin\alpha}{1+\sin\alpha}}{\tan\left(\frac{\pi}{4} - \frac{\alpha}{2} + \frac{1}{2} \times \arcsin\left(\frac{h}{R_{cristal}}\right)\right)}\right)$$

De cette expression, on peut déduire après intégration que pour que la résolution soit la meilleure possible, il faut un angle de Bragg le plus proche de 90° (angle de l'analyseur, α, le plus proche de 0°).

Pour déterminer quel cristal sera le mieux adapté pour l'expérience, il faut donc combiner deux paramètres, à savoir:

- que l'énergie d'analyse soit possible avec le cristal choisi
- que l'angle a soit le plus petit possible.

Une feuille de calcul Excel (Figure 22) permet de déterminer la nature du cristal, la position des moteurs du spectromètre ainsi que le calcul de la résolution théorique de la mesure. Ce calcul tient également compte de la résolution intrinsèque de la ligne, de la taille verticale du faisceau...

[3] Aurélien BRAILLARD, rapport de stage d'école ENSMM (2006).

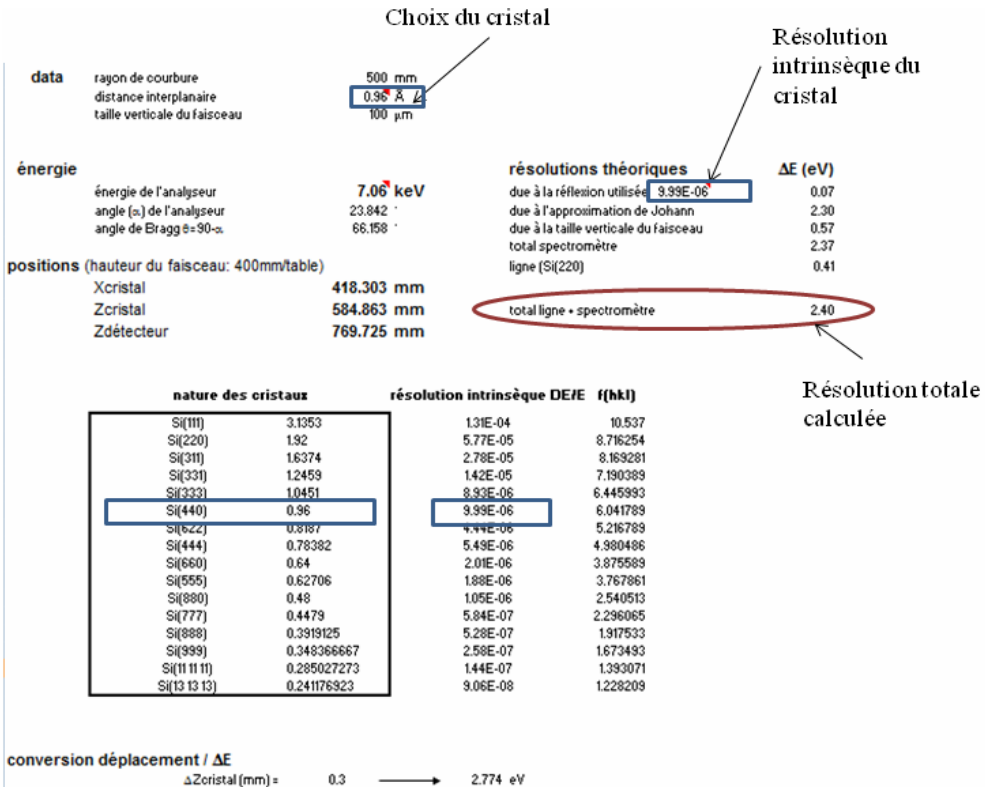

Choix du cristal
Résolution intrinsèque du cristal
Résolution totale calculée
data
rayon de courbure 500 mm
distance interplanaire 0.96 Å
taille verticale du faisceau 100 µm
énergie
énergie de l'analyseur 7.06 keV
angle (α) de l'analyseur 23.842 °
angle de Bragg θ=90-α 66.158 °
positions (hauteur du faisceau: 400mm/table)
Xcristal 418.303 mm
Zcristal 584.863 mm
Zdétecteur 769.725 mm
résolutions théoriques ΔE (eV)
due à la réflexion utilisée 9.99E-06 0.07
due à l'approximation de Johann 2.30
due à la taille verticale du faisceau 0.57
total spectromètre 2.37
ligne (Si(220) 0.41
total ligne + spectromètre 2.40
nature des cristaux résolution intrinsèque DE/E f(hkl)
Si(111) 3.1353 1.31E-04 10.537
Si(220) 1.92 5.77E-05 8.716254
Si(311) 1.6374 2.78E-05 8.169281
Si(331) 1.2459 1.42E-05 7.190389
Si(333) 1.0451 8.93E-06 6.445993
Si(440) 0.96 9.99E-06 6.041789
Si(622) 0.8187 4.44E-06 5.216789
Si(444) 0.78382 5.49E-06 4.980486
Si(660) 0.64 2.01E-06 3.875589
Si(555) 0.62706 1.88E-06 3.767861
Si(880) 0.48 1.05E-06 2.540513
Si(777) 0.4479 5.84E-07 2.296065
Si(888) 0.3919125 5.28E-07 1.917533
Si(999) 0.348366667 2.58E-07 1.673493
Si(11 11 11) 0.285027273 1.44E-07 1.393071
Si(13 13 13) 0.241176923 9.06E-08 1.228209
conversion déplacement / ΔE
ΔZcristal (mm) = 0.3 2.774 eV

Figure 22 Saisie d'écran de la feuille de calcul Excel. Exemple pour une énergie d'analyse proche de la Kb du fer avec la réflexion Si(440)

Paramètres de mesure

Comme pour la session EXAFS, il faut faire le choix des différents détecteurs et la définition de la mesure d'abs3 et d'abs4. La mesure des photons diffractés par le spectromètre peut être effectuée soit avec un Vortex SDD (silicon drift detector – détecteur au silicium à effet de champ) soit avec un photomultiplicateur.

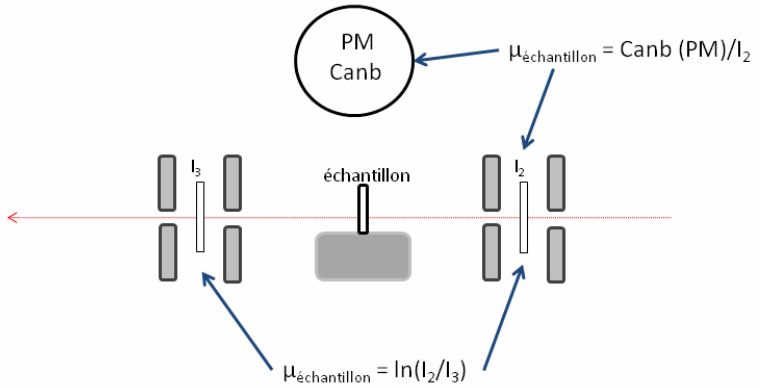


Figure 23 Représentation des compteurs de part et d'autre de l'échantillon en position "CAS"

Mouvements de l'échantillon

L'alignement de l'échantillon sur le faisceau se fait grâce aux moteurs décrits Figure 24.

`Xech` translation longitudinale (sens + dans le sens du faisceau)
`Yech` translation transverse au faisceau (sens + vers le tube de FIP)
`Zech` hauteur (sens + vers le haut)
`Rech` rotation (sens + dans le sens trigonométrique)
`TRech` translation (sens + à droite du faisceau, TRight)
`TLech` translation (sens + à gauche du faisceau, TLeft)

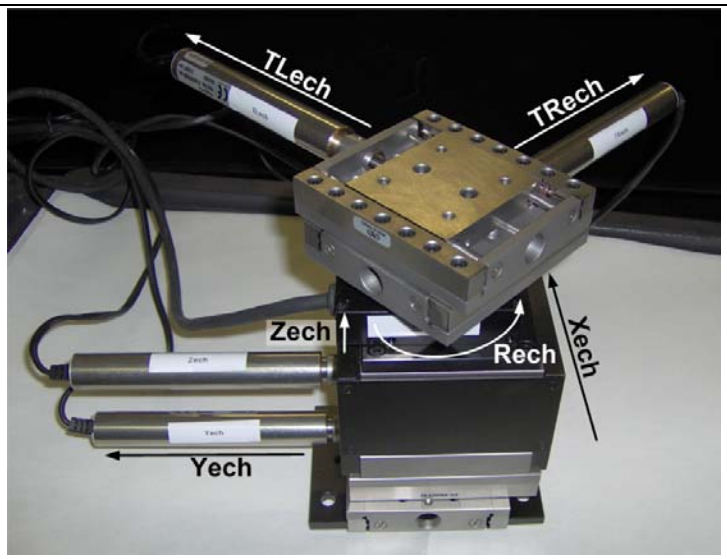


Figure 24 Mouvements du porte-échantillon

Réglage du spectromètre

Alignement sans faisceau

Avant de commencer le réglage du spectromètre avec le faisceau, il faut impérativement l'aligner correctement d'un point de vue mécanique. Il faut:

- faire attention au positionnement des cristaux sur leur support (ils doivent être bien plaqués sur leur support),
- vérifier que les angles tilt et θ soient bien nuls,
- aligner le détecteur à l'aplomb de l'échantillon/faisceau incident (axe faisceau = axe détecteur),
- vérifier que les distances x1... x5, z1... z5 correspondent à ce qui est attendu par le calcul, les modifier en conséquences,
- vérifier que tous les cristaux sont à la même hauteur (changer les "petits z" en conséquence) en réglant l'horizontalité entre eux,

Pour tout cela, un réglet, un niveau à bulle et un fil à plomb suffisent.

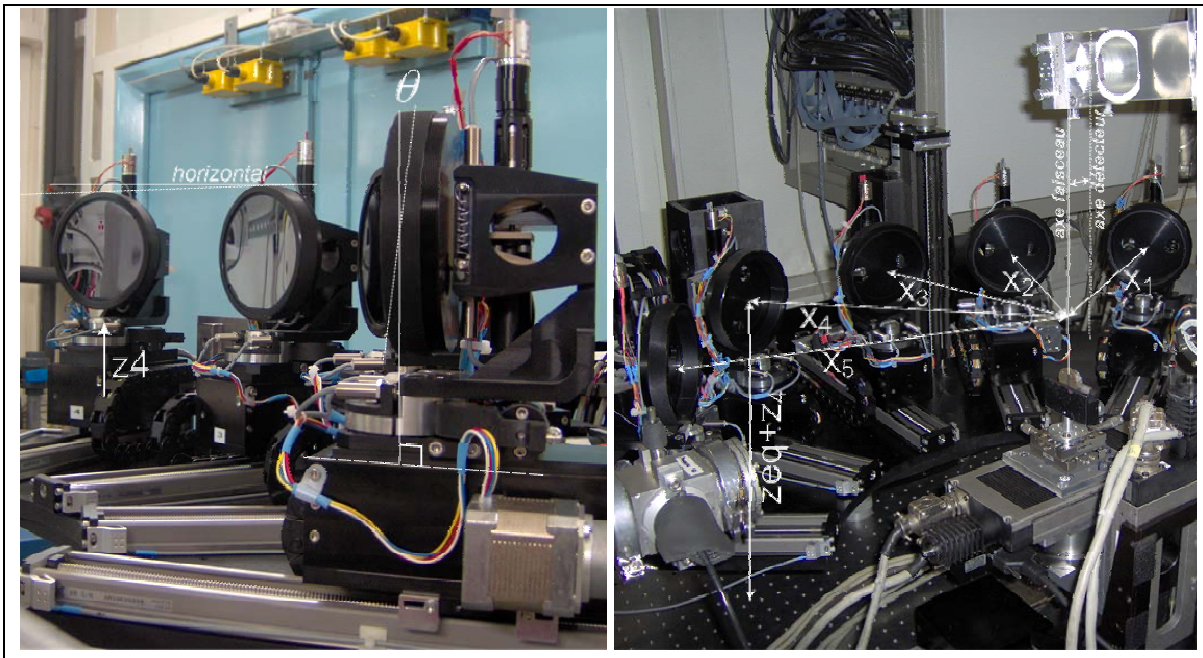


Figure 25 Angles et positions des cristaux à optimiser au préalable

Point de focalisation

Il est nécessaire de focaliser le faisceau au centre du spectromètre.
Horizontalement, la focalisation change en fonction de l'énergie. D'un point de vue SPEC, il faut indiquer ce changement de point de focalisation *via* la macro `setfocalpoint` et choisir la table focus `CAS`. En général, on se trouve sur la table `SAMPLE`.

⚠ *Il faut bien penser au domaine en énergie du réglage: si l'on souhaite faire une mesure du pic élastique, il faut intégrer la valeur d'énergie correspondante dans la table* `focus`

Verticalement, la qualité de la focalisation est importante car elle conditionne la résolution en énergie de l'analyseur. En effet, la géométrie de la diffraction étant verticale, la taille verticale du faisceau induira une largeur angulaire d'émission $\delta\theta_{\text{taille}}$. La composante sur la résolution en énergie s'obtient par simple différentiation de la loi de Bragg:
$\Delta E_{\text{taille}} = E \times \cot an(\theta_{\text{Bragg}}) \times \delta\theta_{\text{taille}}$.

L'angle étant petit, on a $\delta\theta_{\text{taille}} \approx \frac{\text{taille verticale}}{\text{distance cristal/échantillon}}$.

Cette composante de la résolution est calculée dans la fiche Excel.

Principe général du réglage

Il est parfois plus facile de régler le spectromètre sur la raie de fluorescence $K\alpha_1$ de l'élément à analyser ou de l'élément 'Z-1' dans le cas d'un réglage sur la zone des raies Kβ. Une fois le réglage effectué, on l'affinera en se plaçant sur le « pic élastique » (scan en énergie autour de l'énergie sélectionnée).

- On pourra commencer par le cristal qui se trouve à 90°, CA3 et masquer les autres cristaux avec les « masques en plomb » prévus à cet effet.
- En ce qui concerne le détecteur, pour le début, il est préférable d'utiliser le photomultiplicateur pour sa plus grande surface de détection (1,1 cm² contre 50 mm² pour le Vortex). Par ailleurs, l'avantage d'utiliser le Vortex est qu'il est résolu en énergie ($\Delta E \approx 250$eV pour un shaping time de 500ns) et qu'en passant par l'électronique du Canberra, il est possible de visualiser le spectre d'émission enregistrer par le détecteur *via* l'application CANBERRAGUI. Ce qui est donc très pratique pour diagnostiquer de « mauvais » réglages.

⚠ *Il ne faut se mettre à scanner tous les mouvements pour essayer de converger, en général cela ne marche pas, il faut faire confiance en la mécanique et en l'alignement préalable des cristaux.*

Très schématiquement, la logique du réglage est décrite Figure 26.

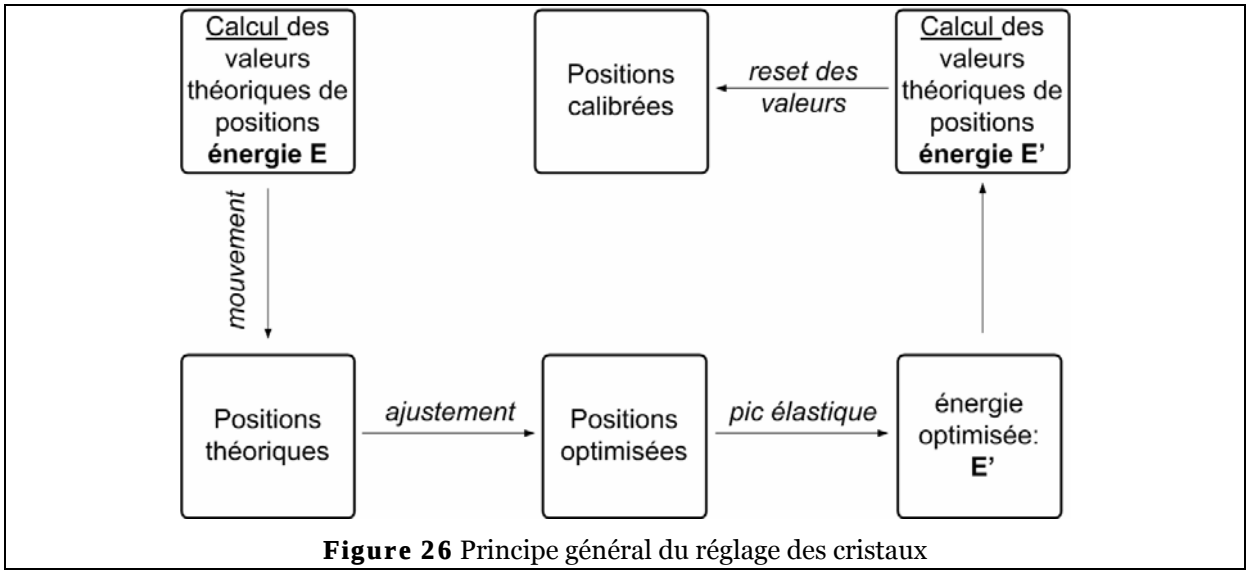


Figure 26 Principe général du réglage des cristaux

Pour commencer: le cristal de référence

Une fois l'échantillon au point de focalisation, l'énergie du faisceau incident adaptée à ce que l'on veut faire (supérieur au seuil d'absorption pour une optimisation sur une fluorescence, égale à l'énergie analysée pour une mesure sur le pic élastique), on choisit un cristal de référence (CA3 par exemple). Il faut "accrocher" le pic de diffraction sur le détecteur. Pour cela:

- Se déplacer en zeq (sur une gamme assez étendu, ±5mm par exemple)
- Se déplacer en x3 (sur une gamme assez étendu, ±5mm par exemple)
- Se déplacer en hauteur du détecteur (sur une gamme assez étendu, ±5mm par exemple)
- Si rien n'apparaît, il ne faut pas trop s'acharner, il faut bien vérifier que les cotes des différentes positions sont correctes. Si besoin est, le vérifier avec un laser représentant le trajet d'un photon, cela permet en général de corriger certains gags, d'optimiser le tilt du cristal...

Recommencer les scans de position jusqu'à ce qu'un pic apparaisse, se mettre au maximum ou au centre des profils obtenus pour tous ces moteurs:

- zeq (hauteur générale de l'ensemble des cristaux)
- x3
- tilt3
- htd (hauteur du détecteur)

Ne pas scanner dans un premier temps

- z3 (hauteur fine du cristal CA3)
- x3
- teta3 (angle de Bragg du CA3, la verticalité de l'angle a été vérifiée mécaniquement)
- tld (translation longitudinale du détecteur, dans l'axe du faisceau) et ttd (translation transverse du détecteur, perpendiculaire à l'axe du faisceau), ces deux positions ayant été fixées lorsque l'on a mis le détecteur à l'aplomb de l'échantillon.

Une fois que l'on est optimisé, faire une mesure du pic élastique et "reseter" les valeurs des moteurs aux valeurs calculées pour l'énergie optimisée.

Poursuite du réglage.

Une fois le premier cristal optimisé, il faut en toute logique poursuivre par les autres. Tous les moteurs ne seront pas à bouger car le réglage du 1er cristal impose maintenant des contraintes. Ainsi, les positions du détecteur sont fixes, ainsi que la hauteur de l'ensemble des cristaux, `zeq`. Pour chaque cristal, il faut optimiser:

- le petit z_n
- x_n
- $tilt_n$
- $teta_n$ éventuellement

et suivre la même procédure de calibration que précédemment.

Les amplitudes des scans: exemples de profil

△ *Typiquement, les scans d'alignement du spectromètre sont les suivants : x ± 5mm ; z ± 5mm ; tilt ± 1 ; thêta ± 1 et* $Z_{détecteur}$ *± 5mm .*

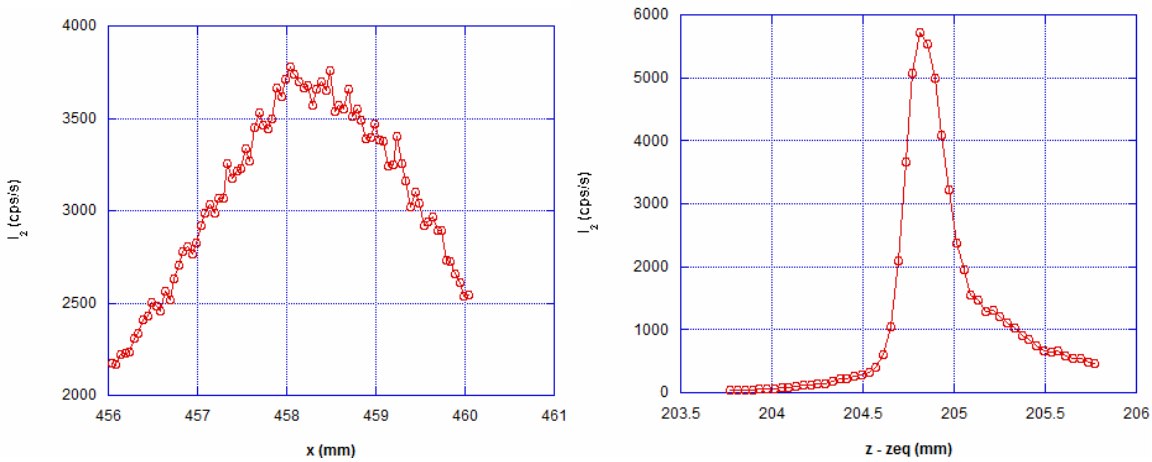


Figure 27 Exemples de profils de scans des moteurs 'x' et 'z'

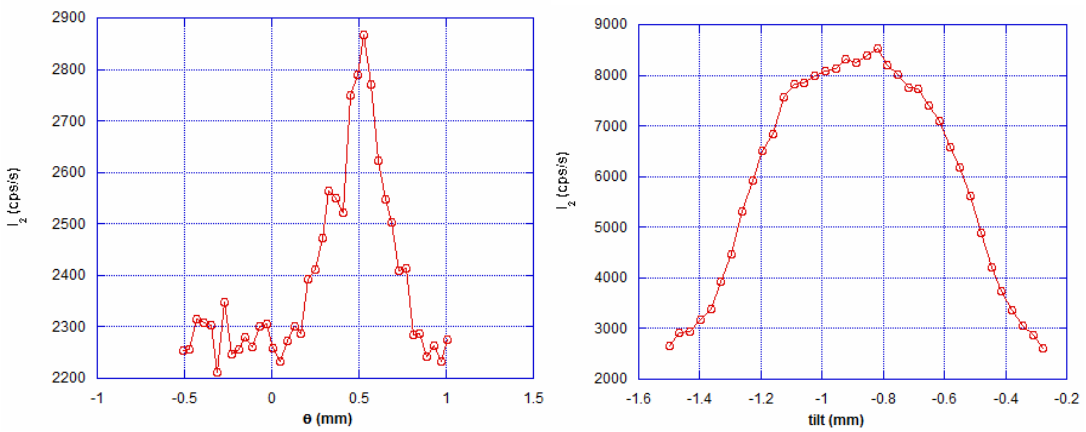


Figure 28 Exemples de profils de scans des moteurs 'θ' et 'tilt'

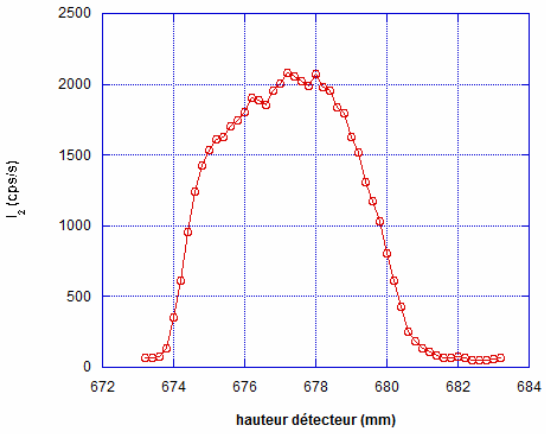


Figure 29 Exemple de profil de scan du moteur 'hauteur détecteur'

V. Dépannage de la ligne

Ouverture du faisceau

Les portes des différentes hutchs étant fermées, il n'y a toujours pas de faisceau après avoir manœuvré les shutters

1) Est-ce que le front-end commun FAME/FIP est bien ouvert ? Est-ce qu'il y a du faisceau ? **cf. application « idappli »**. Cliquer sur l'icône dans la barre de tâche ou taper `idappli` dans une fenêtre X

2) Est-ce que notre absorbeur est bien ouvert ? Est-ce que toutes les vannes sont bien ouvertes ?

`tstplc` (permet de visualiser l'état de toutes les sécurités, vide, température, verrouillage des hutchs…)

cf. le synoptique de la ligne. Cliquer sur l'icône dans la barre de tâche ou taper `vacuum` dans une fenêtre X

ex. Dans ce cas, la vanne située après le miroir M2 s'est fermée, fermeture causée par l'activation d'une sécurité ayant entraîné la fermeture de l'absorbeur de l'enceinte 1.

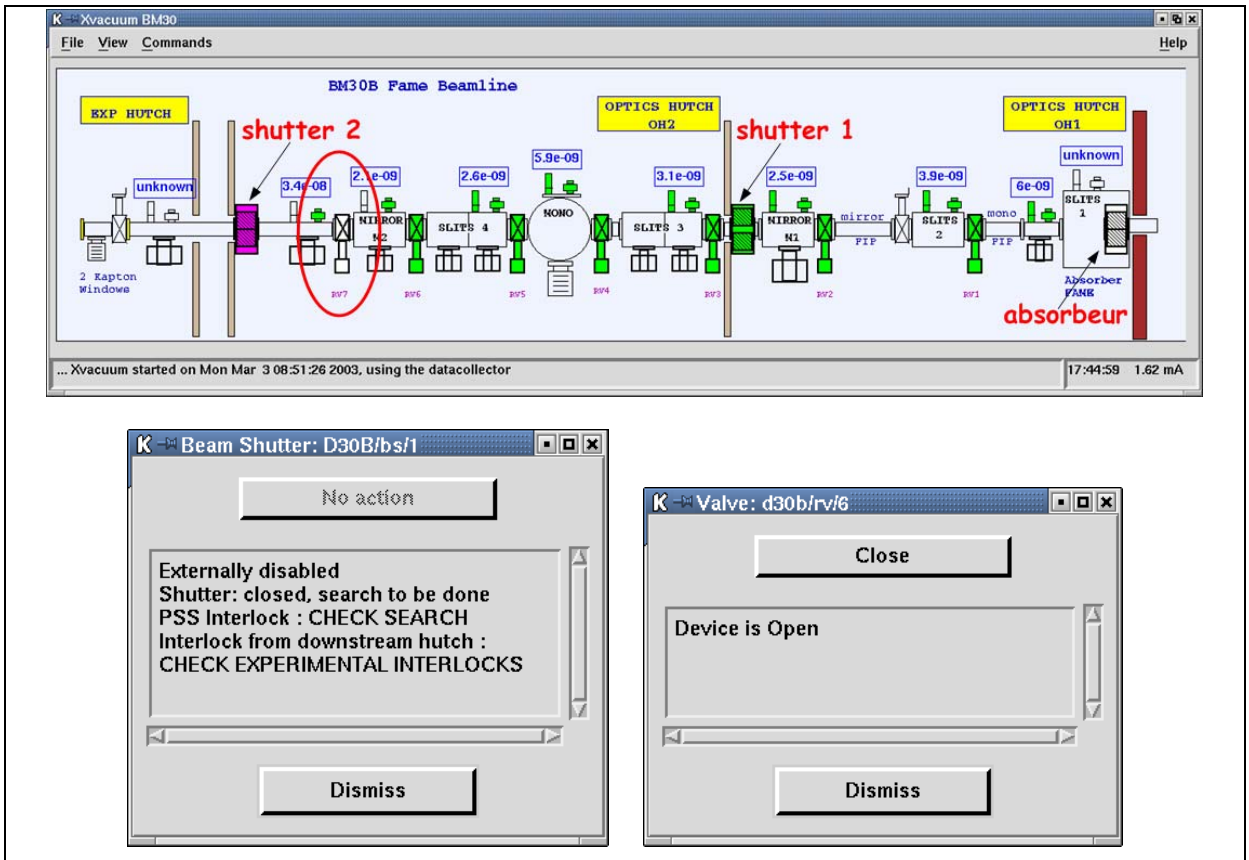


Figure 30. Application vide. **Haut**. La couleur des éléments schématisés dans l'ID Appli renseigne sur l'état des vannes et absorbeurs : **Vert** : élément ouvert ; **Blanc** : élément fermé mais rien n'interdit son ouverture ; **Violet** : élément fermé et non manoeuvrable (« search » non fait, Pb vide…) ; **Orange** : élément en mouvement. En cliquant sur la vanne ou l'absorbeur, une fenêtre de dialogue s'ouvre (**bas**). Si la sécurité n'est plus active, ces deux éléments peuvent être réouverts. Sinon, un message renseigne sur l'état de la sécurité (**bas à gauche**). De même, cette application sert à fermer les éléments (**bas à droite**).

3) Est-ce que la température du 1er cristal du monochromateur est correcte ? Une hausse de la température entraîne un déréglage de l'accord entre les deux cristaux. Dans ce cas, le faisceau peut ne pas être visible à l'écran mais on doit compter quelques coups sur le I_0. Pour connaître la température du 1er cristal, regarder l'indication de l'Eurotherm situé en bas de la baie de droite :

Il faut alors :
- attendre que le mono se refroidisse (après avoir réglé le problème en i) ouvrant un peu plus la vanne d'azote liquide ou ii) fermer un peu le gap hg2 pour réduire la charge thermique.
- régler l'acc « à la main » si l'écart est important ou relancer l'application « `regul` »

Perte de faisceau: angle entre les deux cristaux du monochromateur

1) A l'aide du moteur acc

`mvr acc ±0.001`

Pour retrouver « manuellement » le maximum de flux si l'optimisation automatique ne marche pas

2) A l'aide du piezoélectrique

L'ajustement du parallélisme est automatique lorsque l'application suivante est lancée :

taper `ssh mona` dans une fenêtre X :
login `fame`
taper `spec` puis `regul`
passer en mode auto (`a`) et mettre la valeur de la consigne (`C`) à 0.

Cette application permet un ajustement en fonction du signal mesuré par la diode. Seule contrainte, il faut que la valeur de la tension sur le piezo (DAC), qui varie de 0 à 10V, permette l'ajustement (une valeur du DAC entre 2 et 8V est raisonnable). Si ce n'est pas le cas, il faut bouger l'acc jusqu'à ce que la valeur soit correcte :

`mvr acc « valeur »` dans la fenêtre `EXAFS`

Messages d'erreur dans la session EXAFS

```
Error moving motor on motor 1, unit 4, "moteur".
 Error on "d30b/vpap_mono/01" sending DevMoveRelative.
  command not allowed in this device state (58).
ESRF motor controller is in FAULT state.
Now doing a board-level reset ...
Reset fails!  Is Vpap motor enable switch off?
Error programming motor move.  Giving Up.
Motion canceled.
```

Le rack RPAP du moteur en cause est éteint : le rallumer et tourner la clef sur « enable ». Toutes les cartes DPAP sont étiquetées, trouver le rack ne doit pas trop poser de problème.

```
Can't import "d30B/serveur/numéro".
Device has not been fully imported yet, (hint : start the device
server)…
```

Le nom du serveur et le numéro associé sont variables. Pour connaître sur quelle « machine » (ordinateur ou VME) le serveur tourne (ou plutôt ne tourne pas), il faut démarrer l'application suivante dans une fenêtre X : `xdevmenu`
L'application se lance (figure de gauche) : cliquer sur File puis Import device… pour voir apparaître la liste de tous les devices (figure du centre).

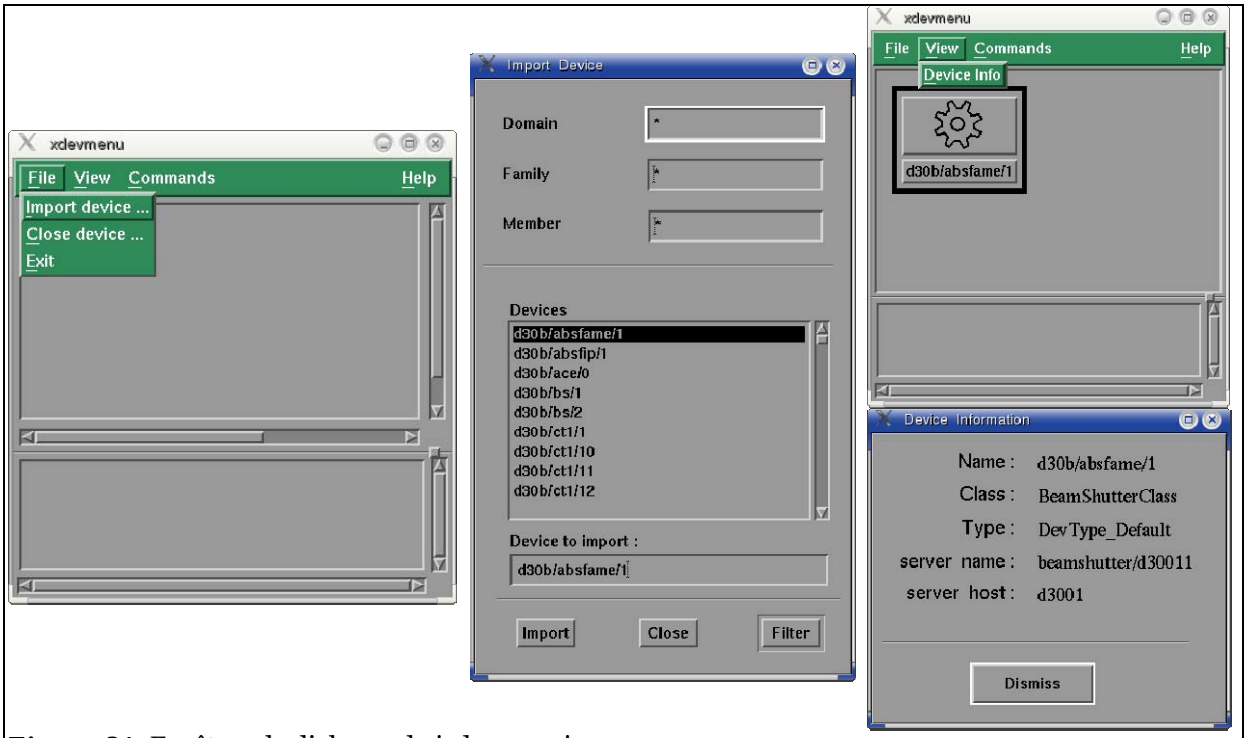


Figure 31. Fenêtres de dialogue du 'xdevmenu'

Si par exemple, le device en défaut est absfame/1, il faut l'importer (bouton Import). Dans la fenêtre xdevmenu, une icône apparaît (figure de droite haut) ; la sélectionner et cliquer sur View puis Device Info. La figure de droite en bas apparaît ; le nom de la machine « hôte » du device est indiquée dans la rubrique server host (ici, d3001).

Concrètement, les devices server tournent sur 5 machines.

- angelod30, le PC sous windows
- d3001, le VME de la baie de droite
- d3002, le VME de la baie de gauche
- d3003, le VME de la baie détecteur (cf. le § « Mise en place du détecteur Canberra », rubrique « Généralités)
- mona, le PC sous LINUX dans la baie

Pour le redémarrage de l'application McaAIM (la seule qui tourne sur angeloD30), cf. le § « Redémarrage complet de la ligne… », rubrique « Redémarrage des ordinateurs. Pour les VME, le plus simple est de les « reseter », d'attendre 2-3 minutes et de taper `reconfig` dans la session EXAFS (la session récupère toutes les informations pour pouvoir dialoguer avec les différents serveurs).
Pour mona, taper dans une fenêtre X :

```
ssh root@mona
service esrf start
```

`Can't move UNUSABLE motor 4, unit 0, "moteur".`

Ce problème est très proche du précédent : le serveur qui gère le moteur le gère mal, ou pas du tout. Il faut dans un premier temps identifier quel VME gère le moteur en défaut, avant de le reseter et faire un `reconfig` dans la session EXAFS. En pratique, tous les moteurs sont gérés par le VME d3002, qui gère tous les racks DPAP de la baie de gauche. Les exceptions sont :

- les moteurs avec codeur (su3, sd3 ,hm, gap & mono) sont gérés par d3001,
- les moteurs de la canne du cryostat (hca et rca) ainsi que ceux de la caméra (hfluo, hcam, ttfluo), gérés par d3003, le VME de la baie détecteur

```
Error clearing on MCA.
 Error on "d30b/mca/10" sending DevMcaClearMemory.
  Lost connection to the device server (12).
```

À la place de "clearing", il peut y avoir également "selecting time mode" ou "reading data" ou "getting ADC info".
Le McaAIM est arrêté sur AngeloD30 : relancer l'application.

Lorsque la liaison série avec le chiller de M1 est « out », il est impossible de lire sa température (et donc de faire un wq) :

telnet sur d3001
`procs` : quel est le numéro du process associé à cette liaison série
`os9kill` n° process
`SerialLine.startup`

Démarrage de la session EXAFS et des applications annexes

1) Lancement de la session : Login FAME

2) Lancement de l'application EXAFS :

Icône dans la barre d'outil :

ou Taper « `xterm -e exafs &` » dans une fenêtre X :

3) Recharger les paramètres de la session :
Lire (`R`) le fichier `seuil.set` dans le menu (`m`)
Forcer la réindexation des scans exafs en retapant le nom du fichier sous lequel on veut les sauvegarder

4) Valider les paramètres de scan, sans les changer (`scan`)

5) Charger les paramètres du monochromateur :
`focus`, taper `R` (pour forcer la relecture des paramètres) puis quitter
`confmono` et configurer en fonction de l'expérience

6) Démarrer la régulation automatique du parallélisme :
cf. § 5) dans la rubrique « Réglage du 2nd cristal » du monochromateur
`ssh blissadm@mona` dans une fenêtre X pour se reconnecter
taper `spec` pour lancer la session
taper `regul` sous SPEC si le démarrage n'est pas automatique
passer en mode manuel (`m`)
retrouver le faisceau en jouant sur la consigne (touches + ou -) qui en mode manuel correspond à la tension aux bornes du piezo (DAC)
passer en mode automatique (a) et mettre la consigne à 0,
indiquer la valeur du proportionnel (P=0.15 par ex.)

7) Démarrage de la régulation automatique de température :

`euro` dans une fenêtre X :

8) Démarrage de l'application Canberragui (éventuellement) :
cliquer sur l'icône de la barre de tâche :

N.B. : cette application permet de régler les fenêtres de fluorescence et n'a aucune influence sur la mesure une fois ces fenêtres réglées. Dans ce dernier cas et lorsqu'il y a des problèmes, il n'est pas conseillé de relancer l'application, au risque de réinitialiser tous les paramètres.
cf. la rubrique « Lancement de l'application Canbgui »

Problèmes liés à la détection

Si le nombre de coups mesuré par les diodes est très faible

1) Rerégler le parallélisme (dans la fenêtre `regul`), ouvrir les fentes,

2) Changer de gammes :
`mcce i0 range 1e-8` par exemple
refaire les offsets après coup (`detoffset` ou `O` dans le menu `m`)

3) Si seules les diodes situées derrière l'échantillon (I_1 et I_2) ne mesurent pas de coups (ou pas assez), l'échantillon étant trop absorbant : changer la nature du gaz diffuseur ou l'épaisseur du kapton diffuseur voir remplacer le kapton par une feuille de cuivre dans certains cas (les diodes ne mesureront pas le faisceau diffusé par le kapton mais la fluorescence du cuivre, pour une énergie de faisceau est supérieure à 8.979 keV).

Si aucun des détecteurs ne mesure des coups

1) Est-ce qu'il y a bien du faisceau ? Est-ce que la table EXAFS est à la bonne hauteur ? Est-ce que les fentes d'alignement ne sont pas dans le faisceau ? Est-ce que les angles des miroirs sont bien choisis ?

2) Est-ce que tous les racks de la baie détecteur sont bien allumés ? Même si le détecteur Canberra n'est pas utilisé, tous ses racks doivent être allumés car les signaux des diodes transitent par celui du bas.

3) Est-ce que le VME de la baie détecteur n'est pas planté ? Si c'est le cas, un message d'erreur s'affiche. Faire un reset, attendre 1 ou 2 min. et taper `reconfig` dans `exafs`.

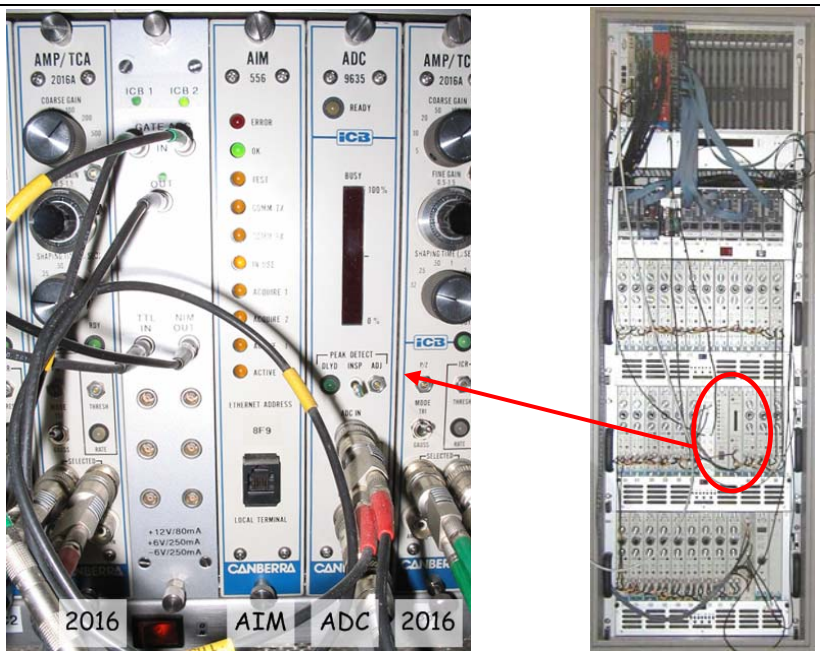


Figure 32. Coffret de l'AIM (au centre) avec à droite le coffret de l'ADC et 2 coffrets 2016 de part et d'autres.

Si le détecteur Canberra ne mesure pas de coups, ou mal

1) Est-ce que la haute tension (1,30 kV) est bien mise ?

2) Est-ce que les fenêtres SCA1 et SCA2 sont bien programmées ?

3) Les éléments sont peut-être « disable ». Dans ce cas, dans l'application Canberragui, cliquer sur All dans la boîte Apply to, puis cocher « enable »

4) La fenêtre SCA2 peut être programmée avec un nombre de canaux dépassant 4096

5) Est-ce que la protection plastique+plomb est bien enlevée ?

6) Est-ce que l'application McaAIM, qui tourne sur le PC sous windows (AngeloD30) est bien lancée, pas plantée ? Si c'est le cas, se connecter en tant qu'administrateur, et relancer l'application en cliquant sur l'icône ci-contre. Si ça ne marche toujours pas, il faut enlever le boîtier de l'AIM (situé dans la baie détecteur dans le 2ème rack en partant du bas), le rebrancher, attendre quelques minutes et relancer l'application. (**UNIQUEMENT PAR LE LOCAL CONTACT**)

Arrêt d'un spectre en cours d'acquisition

Arrêt causé par un problème réseau

Parfois, ce message d'erreur s'affiche (le moteur mis en cause peut changer) :

```
Error moving motor on motor 2, unit 4, "acc".
Error on "d30b/vpap_mono/02" sending DevMoveRelative.
RPC client call timed out (2)…
```

Soit le spectre continue, si 2 « timed out » ne se suivent pas, soit il s'arrête. Dans ce cas, un moyen de ne pas perdre les données est de continuer l'acquisition en tapant : `resume`

N.B. 1 : Dans ce cas, si le spectre en cours est un spectre EXAFS, il ne sera pas sauvegardé automatiquement. Ne pas oublier de taper save_scan pour le faire (à vérifier, mais il doit y avoir 2 lignes de commentaire à supprimer au niveau de l'interruption).

N.B. 2 : Si le spectre n'en est qu'à son début, que la zone EXAFS n'est pas commencé, mieux vaut recommencer complètement l'acquisition…

Arrêt causé par une erreur du contrôleur de l'axe du monochromateur

Le spectre est bloqué, sans message d'erreur. Le contrôleur de l'axe (en haut de la baie de droite) indique ⊓ :

1) Quitter le spectre (Ctrl C)

2) `pm600setpar RS`

3) `sync` (répondre aux questions comme suggéré)

4) `focus` (pour l'activer, sans rien changer)

5) `scan` (pour activer les paramètres, sans rien changer)

Arrêt causé par l'activation d'une sécurité

1) La valeur du monitor I_0 est quasi-nulle.

```
13.4365 8.46175 125113 2.45304e+06 1.66103e+06 -168.937 4087 […] 1.10128e+06
13.4372 8.4613 125117 2.45157e+06 1.66186e+06 -168.979 4135 […] 1.10143e+06
13.4379 8.46086 125122 2.45456e+06 1.66205e+06 -168.936 4074 […] 1.10069e+06
Beam lost : mon = 13 (chk_thresh for 1 sec is 1000) temp=-168.830101))
```

2) La température du 1er cristal augmente, la limite étant fixé dans ce cas à -150°C.

```
13.4365 8.46175 125113 2.45304e+06 1.66103e+06 -148.937 4087 […] 1.10128e+06
13.4372 8.4613 125117 2.45157e+06 1.66186e+06 -149.279 4135 […] 1.10143e+06
13.4379 8.46086 125122 2.45456e+06 1.66205e+06 -149.936 4074 […] 1.10069e+06
Beam lost : mon = 1.10069e+06 (chk_thresh for 1 sec is 1000) temp=-150.130101))
```

Dans les deux cas, il faut remédier au problème après l'avoir diagnostiqué ; il peut s'agir de la réinjection pour la chute de I_0). SPEC va alors attendre 2-3 minutes avant de relancer le spectre, le temps que l'optique soit thermalisé.

En résumé…

Le spectre s'arrête ou ne peut démarrer

Sécurité activée

Cf. § « Arrêt causé par l'activation d'une sécurité »

Plus de faisceau

T°R_{monoR} > limite

`Beam lost : […] temp=-135`

Vérifier le remplissage du séparateur de phase

Ouvrir la vanne LNR_{2R} avant le mono

`Beam lost : mon = 150`

Courant dans l'anneau?

Problème vide ou T°?

`tstplc`

Shutters fermés ?

Déplacement d'un élément optique, de la table EXAFS ?

`we`

`wx`

Fentes fermées ?

`wl`

Parallélisme entre les cristaux ?

`REGUL`

Problème

mécanique ou informatique

Mono en erreur

Communication réseau

`[…] timed out`

`resume` pour redémarrer

Cf. « Arrêt causé par un problème réseau »

pas de message d'erreur

indication sur le controleur :

∩

Cf. § « Arrêt causé par une erreur du contrôleur de l'axe »

Redémarrage complet de la ligne après une coupure électrique

Après une coupure électrique de la ligne (prévue ou non), tous les éléments ne redémarrent pas forcément automatiquement. Voici une liste non exhaustive des opérations à effectuer.

A faire pendant la coupure

Pour éviter toute dégradation du matériel lors de leur remise sous tension, il est bon d'éteindre la plupart des appareils lorsqu'il y a une coupure électrique, pour pouvoir les redémarrer après, une fois le courant revenu.

- éteindre les différents racks des baies (sauf la baie vide)
- éteindre la haute tension du Canberra (coffret d'alimentation dans le rack du bas de la baie détecteur, dans EH1, interrupteur sur OFF, la haute tension descend progressivement en suivant une rampe de 1,3kV, sa tension de fonctionnement, à 0)

Redémarrage des ordinateurs

Redémarrage de l'ordinateur Mona, ce qui va permettre un redémarrage correct des VME (images de boot), et attendre 2-3 minutes.

Figure 33. Ordinateur Mona, en haut de la baie de droite

Redémarrage de l'ordinateur de pilotage (Lisa) et ouverture de la session FAME
Cf. § II. Dépannage de la ligne / Redémarrage de la session EXAFS

Redémarrage du PC sous windows (AngeloD30) et démarrage de l'application McaAIM : le redémarrage des VME est automatique mais ils ont redémarré automatiquement, donc avant Mona et donc sans les informations indispensables à leur démarrage correct (image de boot absente). Il faut les « reseter » (il y en a 3, un dans chaque baie).

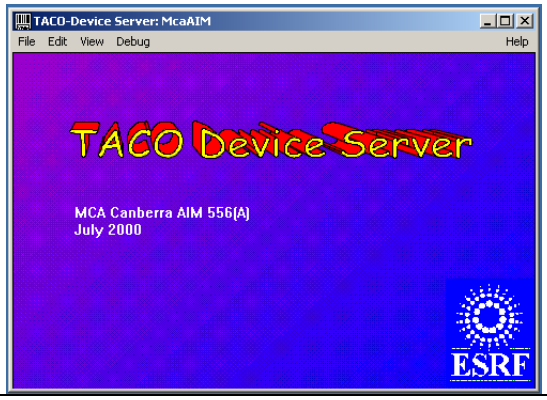


Figure 34. Application McaAIM

Redémarrage des pompes ioniques

Les coffrets « Dual Controller » des pompes ioniques se trouvent dans la baie vide à l'extérieur de la cabane de contrôle. Si les pompes sont arrêtées (cas de la voie 1), il faut appuyer sur « HV1 ON/OFF ». La haute tension s'applique (voyant vert ON) et va augmenter progressivement jusqu'à -7000 Volt puis, lorsque le vide est suffisamment bon (et le courant de la ionique suffisamment bas), descend à -3000 Volt (cas de la voie 2)

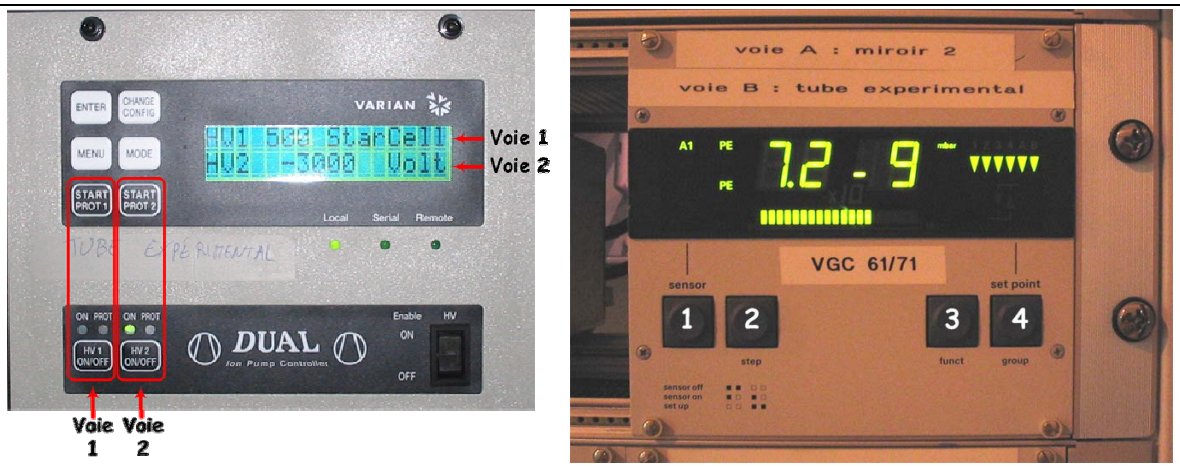


Figure 35. Coffrets des pompes ioniques (**gauche**) et des jauges de vide (**droite**)

Redémarrage coffrets de jauges

Il faut réactiver la mesure de vide par les coffrets de jauge (indispensable car le système de sécurité, le PLC, a besoin de l'information « vide »). Chaque coffret permet de gérer 4 jauges (2 secondaires, A1 et B1, 2 primaires, A2 et B2). Faire défiler les jauges (bouton 1) et les activer (boutons 3 puis 1, en maintenant le bouton 3 appuyé).

Redémarrage du PLC safety shutter

Après une coupure électrique, le système PLC (Programmable Logical Controller) est parfois dans un état qui ne permet pas l'ouverture du front-end (message "experimental interlock" en rouge dans le "status" du front-end). Il faut dans ce cas redémarrer le PLC (ouverture/fermeture du système de fusible) pour le PLC safety shutter et ses deux extensions.

Le PLC est commun avec BM30A/FIP, il ne faut pas redémarrer le PLC sans s'assurer qu'ils ont le même problème, le même message d'erreur.

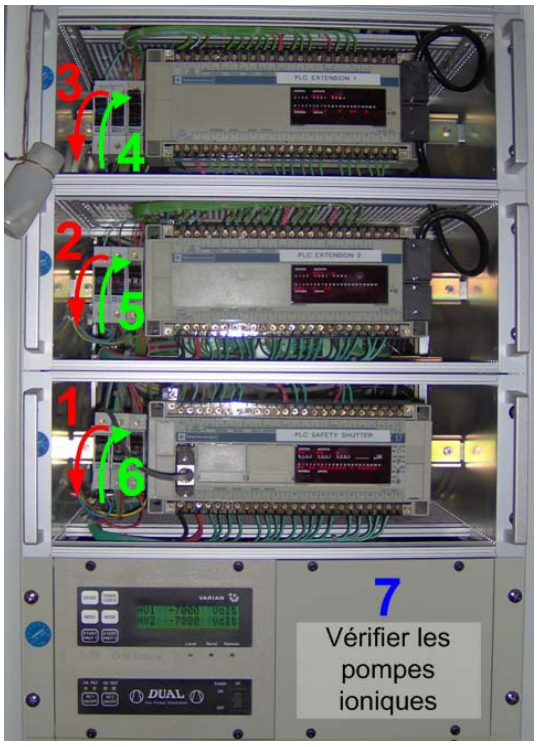


Figure 36. Baie PLC, dans le couloir

Redémarrage des systèmes de refroidissement, miroir et fentes

Le 1er miroir est refroidi grâce à un « chiller », localisé dans OH1. Le contrôle de ce chiller est effectué *via* un petit boîtier Crouzet, qui permet de visualiser l'état du chiller (ici « ON ») ainsi que son débit (ici 3,48 l/min).
En cas de coupure brutale du courant, le boîtier peut être en mode erreur. Il faut valider (flèche rouge vers le haut) pour qu'il passe en mode OFF, puis appuyer (flèche rouge vers le bas) pour qu'il devienne actif (mode ON). Le chiller se met alors en route et le débit d'eau dans le circuit augmente alors.

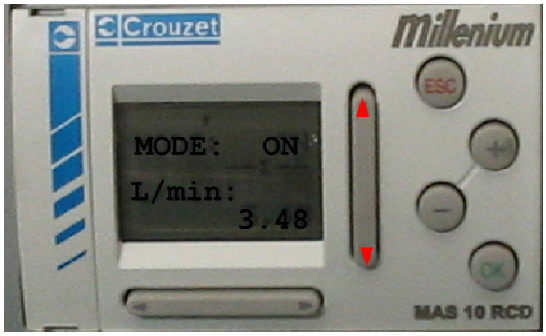


Figure 37. Automate de contrôle du refroidisseur du 1er miroir

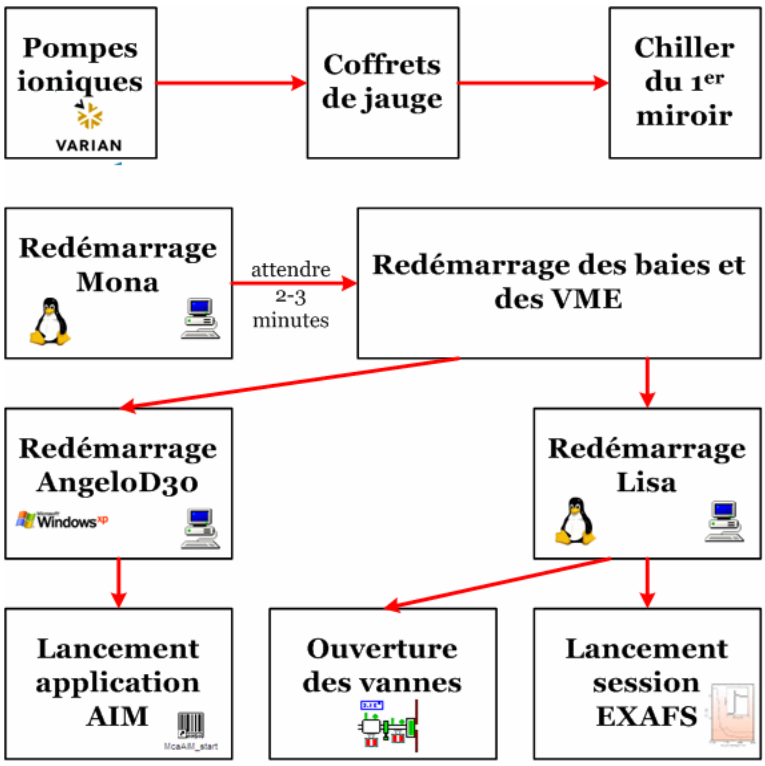
Les fentes sont refroidies par un deuxième chiller situé en dessous du séparateur de phase du monochromateur, dans le couloir commun avec ID31, juste après notre seconde cabane optique OH2.

Réouverture des vannes, de l'absorbeur…

Cf. § III. Dépannage de la ligne / Ouverture du faisceau
Pour vérifier l'état des sécurités (ouverture des vannes, systèmes de refroidissement, sécurité "température" : `tstplc` dans exafs. La réponse en fonctionnement normal est la suivante:

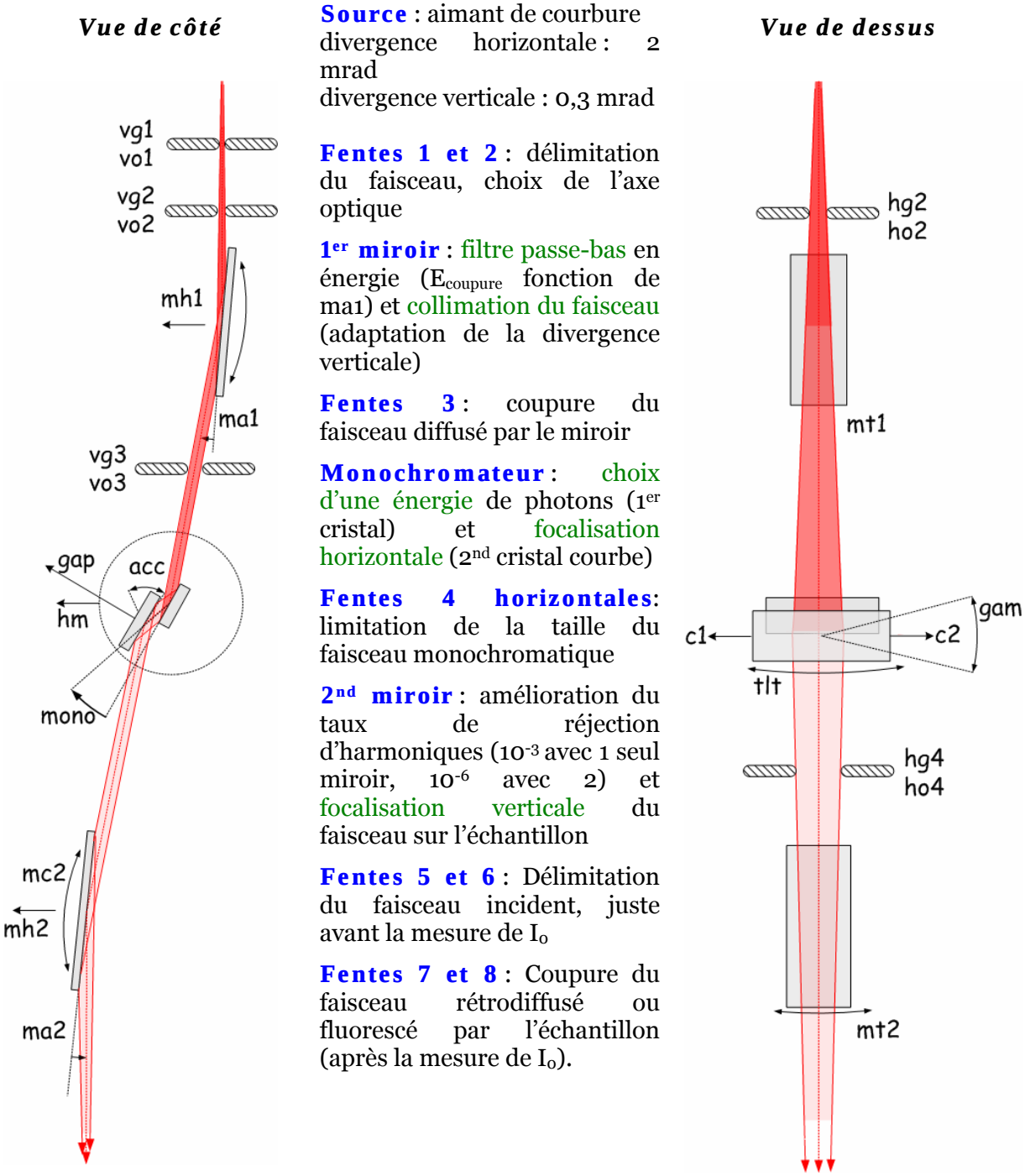
```
3733.EXAFS> tstplc
Pas d'erreur
        mais vous ne pouvez toujours pas ouvrir l'absorbeur ...
         1) verifier que le search a ete fait dans la hutch.
         2) reseter le PLC SAFETY SHUTER dans la baie 3
            (ouvrir et refermer le porte fusible double a gauche du PLC.
```

En résumé, dans l'ordre…



VI. Réglage de la ligne

Rôle des différents éléments optiques



Source : aimant de courbure
divergence horizontale : 2 mrad
divergence verticale : 0,3 mrad

Fentes 1 et 2 : délimitation du faisceau, choix de l'axe optique

1er miroir : filtre passe-bas en énergie ($E_{coupure}$ fonction de ma1) et collimation du faisceau (adaptation de la divergence verticale)

Fentes 3 : coupure du faisceau diffusé par le miroir

Monochromateur : choix d'une énergie de photons (1er cristal) et focalisation horizontale (2nd cristal courbe)

Fentes 4 horizontales: limitation de la taille du faisceau monochromatique

2nd miroir : amélioration du taux de réjection d'harmoniques (10^{-3} avec 1 seul miroir, 10^{-6} avec 2) et focalisation verticale du faisceau sur l'échantillon

Fentes 5 et 6 : Délimitation du faisceau incident, juste avant la mesure de I_0

Fentes 7 et 8 : Coupure du faisceau rétrodiffusé ou fluorescé par l'échantillon (après la mesure de I_0).

Figure 38 Eléments optiques de la ligne, vue de côté (gauche) et du dessus (droite)

Schématisation des étapes du réglage

Pour des énergies supérieures à 22 keV, les miroirs (recouverts de Rhodium) doivent être enlevés. Sinon, l'angle d'incidence des 2 miroirs doit être ajusté pour choisir une énergie de coupure supérieure à l'énergie du faisceau fondamental (ici 12 keV) et l'énergie de la 1ère harmonique (ici 36 keV).

1) Mise en place des miroirs (plans)

2) Réglage des fentes 1, 2 et 3 (ouverture verticale fonction de l'acceptance angulaire du 1er miroir)

3) Choix de l'énergie de travail : réglage du monochromateur (calibration, focalisation sagittale par le 2nd cristal)

4) Focalisation avec le 1er miroir : collimation du faisceau sur le 1er cristal du monochromateur pour améliorer la résolution en énergie

5) Focalisation avec le 2nd miroir : réduction de la taille du faisceau sur l'échantillon sans perte de flux.

6) Réglage en hauteur de la table EXAFS

7) Alignement des fentes EXAFS

8) Réglage des détecteurs, alignement de l'échantillon…

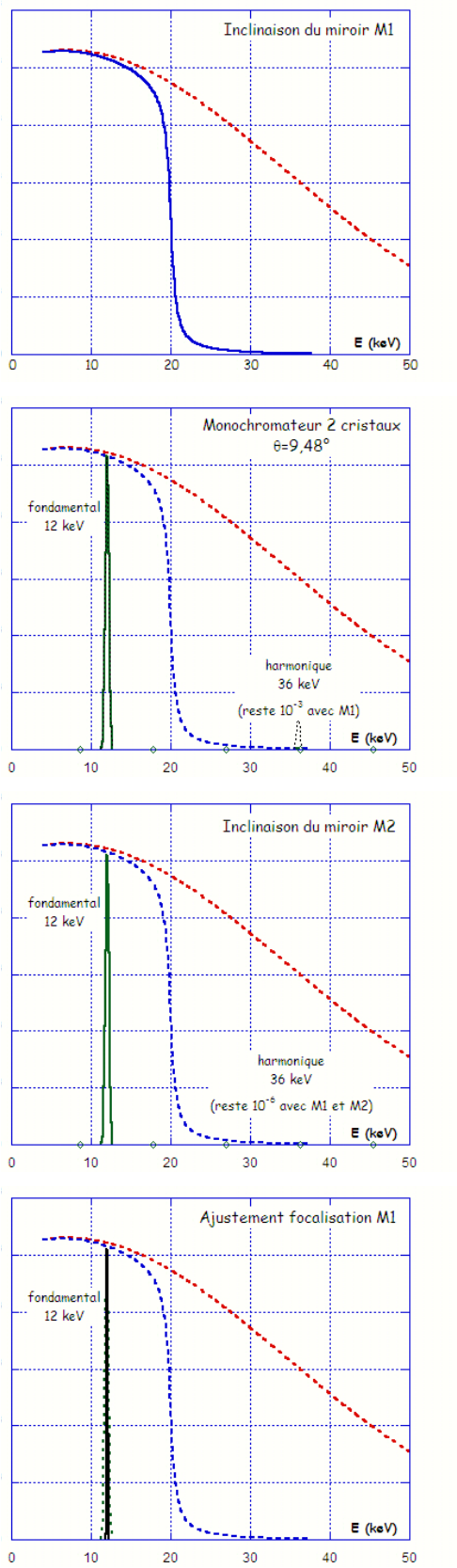


Figure 39 Schématisation des bandes passantes des photons au niveau des différents éléments

Réglage du monochromateur

Commandes utiles

Pour avoir accès à toutes les positions des moteurs du monochromateur et les valeurs des codeurs associés, taper `we` :

Pour avoir accès à la configuration du monochromateur, taper `confmono` :

```
1789.EXAFS> confmono
fixed ouput (yes) or no (no)                        :   (NO)?
sagittal focusing (yes) or (no)                     :   (YES)?
Sample distance in (m)                              :   (50.2)?
Move exafs table (yes) or (no) during scans         :   (YES)?
monochromator gap offset (-2)?
Move acc (yes) or (n)                               :   (NO)?
```

`fixed ouput` : sortie fixe (gap variable en cours de spectre) : Non pour l'instant
`sagittal focusing`: focalisation sagittale par le 2nd cristal
`Move exafs table`: déplacement de la table EXAFS en cours de spectre
`monochromator gap offset`: offset pour affiner le déplacement de la table durant un scan (en mm)
`Move acc`: déplacement de l'acc en cours de spectre

Calibration en énergie

1) Lors des réglages

La calibration en énergie du monochromateur doit être effectuée préalablement au réglage de la focalisation. Cette calibration est effectuée à l'aide de références (en général, une référence connue de l'élément étudié). La position expérimentale du seuil d'absorption est mesurée. Par convention, cette position est prise au 1er maximum de la dérivée du seuil.

`moveE` E_{exp} (keV)
`setE` E_{seuil} (keV)

Afin de profiter au mieux du codeur du monochromateur, il peut-être nécessaire de réinitialiser l'encodeur, lorsque l'on est sûr de l'énergie du faisceau :

```
setEE
```

Par la suite, en cas de problème sur le contrôleur de l'axe (PM600) ou sur la carte du codeur, la valeur « réelle » de l'énergie (déduite de la valeur réelle du codeur de l'axe) est obtenue par :

```
getEE
```

2) En cours d'expérience

La référence utilisée pour la calibration initiale du monochromateur peut être positionnée entre la diode I_1 et I_2 Si l'échantillon est « transparent », l'absorption de la référence pourra être mesurée : $\mu_{réf}=\ln(I_2/I_1)$
Il sera donc possible de vérifier pour chacun des spectres si tout décalage de seuil est dû à l'échantillon « inconnu » ou à un déréglage de la ligne.

Réglages du 2nd cristal

1) Paramètres du monochromateur entre deux énergies

Focuscal. Les réglages du monochromateur s'effectuent aux deux énergies extrêmes du spectre EXAFS. Les grandeurs sont extrapolées entre ces 2 énergies.

```
1433.EXAFS> focuscal
Make the calibration in between two energies.
Enter values of C1 and C2 for the two energies.
The settle time is the time to wait after each C1 or C2 movment.
Don't forget to enter the right sample distance.
E0 ? : (14.5)?
E1 ? : (13.3)?
C1 value at energy E0 (14.5 Kev) : (0.7939)?
C1 value at energy E1 (13.3 Kev) : (0.7183)?
C2 value at energy E0 (14.5 Kev) : (0.6914)?
C2 value at energy E1 (13.3 Kev) : (0.6165)?
ACC value at energy E0 (14.5 Kev) : (1.0303)
ACC value at energy E1 (13.3 Kev) : (1.0313)?
GAM value at energy E0 (14.5 Kev) : (-0.456)?
GAM value at energy E1 (13.3 Kev) : (-0.581)?
Sleep (settle) time after each focal adjustment (s) : (0)?
```

focalisation

parallélisme

gamma

Cette extrapolation est globalement correcte pour le parallélisme et le gamma. Pour la focalisation horizontale, la taille du faisceau diverge si la gamme en énergie est trop importante. **Actuellement ce n'est pas ainsi que nous fonctionnons.**

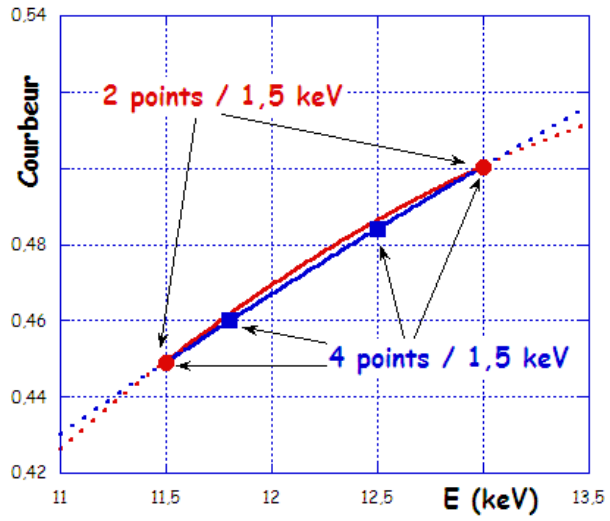


Figure 40 Principe du suivi de la courbure

Focus. Cette application permet d'effectuer un réglage entre deux points extrêmes en définissant des points intermédiaires. Entre chacun des points intermédiaires, l'extrapolation est gérée comme dans le `focuscal`. La figure ci-contre schématise les différences entre les deux modes : l'écart entre les deux courbes extrapolées est faible mais peut entraîner une augmentation de la taille de la tache focale d'environ 50%.

Point de focalisation. Il est nécessaire de préciser en quel point la focalisation est effectuée, via la macro `setfocalpoint` Cette définition permet de sauvegarder les paramètres du focus dans l'un des 4 fichiers, (`slit5`, `sample`, `slit6`, `CAS`) de manière à se servir, d'une fois sur l'autre, des valeurs des moteurs à différentes énergies.

```
EXAFS> setfocalpoint
Enter focalisation position (slit5,sample,slit6, CAS) sample
(sample)?
```

On définit ainsi une courbe d'étalonnage des différents moteurs pour chaque point de focalisation.

Saisie des positions. Par rapport au `focuscal`, les valeurs des moteurs à chaque énergie peuvent être saisies à la fois « à la main » ou automatiquement, par l'intermédiaire de la macro `memfoc`. Ainsi, les valeurs des codeurs peuvent être enregistrées.

```
1433.EXAFS> focus

Focalisation setup to focalise on  :  sample
Paralelism optimisation is made at :  11.5 keV
use space bar to change selection (actuellement le point 1 à 11.8keV)

_____________________________________________________________________
    Energy              C1[enc]              C2[enc]              ACC[enc]              GAM[enc]
0  11.5000   0.448866[  11.936]   0.519291[ 11.6813]    0.9925[ 16.4399]   -7.61507[ 11.4954]
1  11.8000   0.459977[ 12.0737]     0.5294[ 11.8027]   0.98686[ 16.4476]   -7.61507[ 11.4952]
2  12.5000    0.48393[ 12.3968]   0.552852[ 12.1105]    0.9705[ 16.4347]   -7.11555[ 10.9964]
3  13.0000    0.50046[ 12.6332]   0.571818[ 12.3612]   0.96274[ 16.4547]   -6.71593[ 10.6682]
4     13.2   0.501279[        ]   0.561982[        ]   0.96374[        ]    -6.9122[        ]

     Action :
   Add   Add Current   Modify   Delete   Read settings   Write settings   Hide Encoder
     Set Para energy   Quit
```

Dans cet exemple, les valeurs `11.5`, `11.8`, `12.5` et `13.0` sont entrées automatiquement (*via* `memfoc`), la valeur à `13.2` « à la main » (via la commande **A**`dd` de `focus`).

`Add` **C**`urrent` : équivaut à `memfoc`

W`rite settings` : permet de sauvegarder les paramètres du focus

`Set` **P**`ara energy` : pour définir l'énergie à laquelle l'optimisation du parallélisme est effectuée par l'ancienne macro `para` (obsolète)

△ *Pour que les réglages effectués à un certain moment puissent être réutilisés facilement, il est impératif de ne pas effectuer des « set » radicaux sur les valeurs de ces moteurs.*

△ *Pour éviter de définir des points à des énergies trop proches, nous avons défini la différence minimale entre deux énergies égales à 0,1keV.*

2) Diagnostics de la qualité de la focalisation

Par un scan des fentes

Pour « imager » la tache focale dans le cas d'une focalisation au niveau de

```
plotselect I1
set_beam_mode 0
dscan tte -0.5 0.5 30 .1
set_beam_mode 1
```

La tache doit être le plus possible symétrique et la taille la plus faible possible

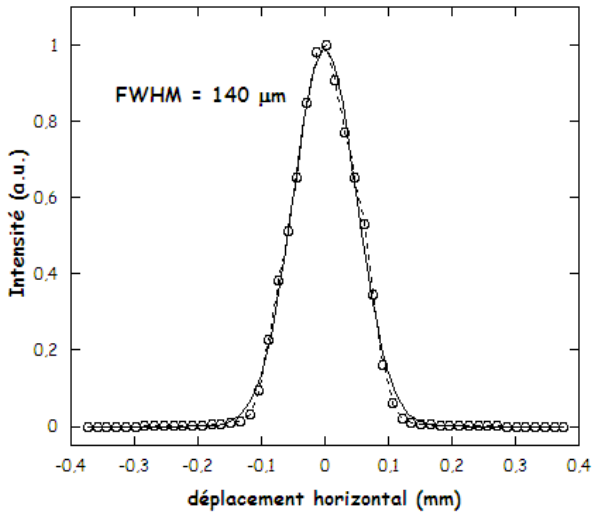


Figure 41. Exemple de profil (ancien 2nd cristal en 2002-2003, actuellement nous avons une tâche double, en bonnet d'âne.)

Visuellement, sur la caméra

Plein flux (**Figure 42**, haut), toutes fentes expérimentales ouvertes (hg5 et hg6 de l'ordre de 5 à 10 mm), on délimite l'emplacement du faisceau au niveau de l'écran (en rouge).

Si l'on est bien focalisé, en présence d'une paire de fentes, **la taille du spot sur l'écran ne doit pas diminuer**. Le flux de photons étant plus faible, on ne sature plus la caméra et l'on distingue clairement les zones diffractantes situées sous les ailettes

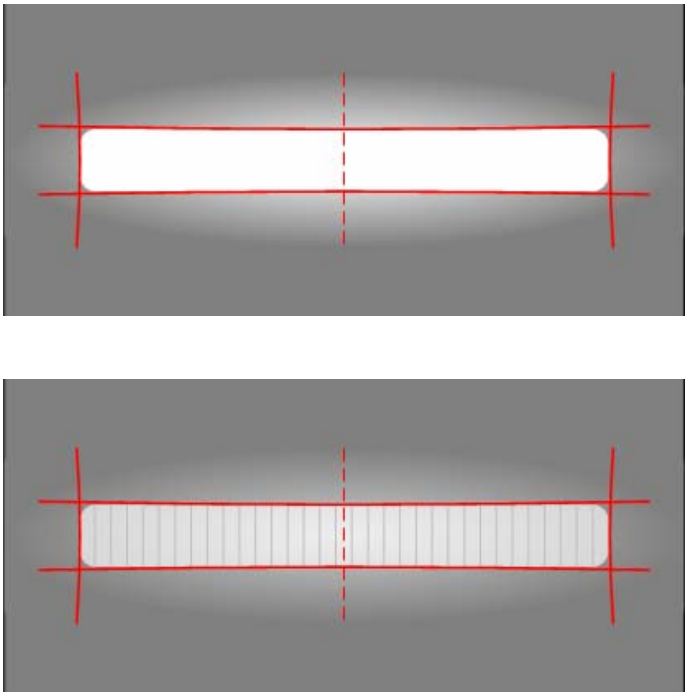


Figure 42. Représentation schématique du faisceau à l'écran, sans (haut) ou avec (bas) les fentes d'alignement

Remarque 1 : la largeur de la tache lumineuse sur l'écran dépend de l'ouverture des fentes primaires (HG2 et HG3) et secondaire (HG4), *i.e.* de la divergence que l'on prend

Remarque 2 : la largeur de la tache lumineuse sur l'écran dépend de la position du point de focalisation : plus on focalise près de l'écran, plus la taille apparente est petite car l'on intercepte une divergence constante à une plus faible distance.

3) Courbeur, c1 et c2

Focalisation sur l'échantillon

Pour préciser l'indication du point de focalisation :

```
setfocalpoint
enter focalisation position (slit5,sample,slit6,CAS) sample
memfoc
```

Le but du réglage est de focaliser, pour une énergie donnée, l'ensemble de la nappe horizontale de rayons X dans une fente fixe verticale, située à la place de l'échantillon.

`moveE E0` : première énergie du focuscal

`mvr foc 0.001` : courbure symétrique du 2nd cristal, foc=(c1+c2)/2

identique à : `mvr c1 0.001 ; mvr c2 0.001`

`mvr c1 ±0.0002` puis `mvr c2 ±0.0002` : réglages fins

La tache focale au niveau de l'échantillon se mesure en scannant :

```
plotselect I1
dscan tte -0.5 0.5 50 .1
```

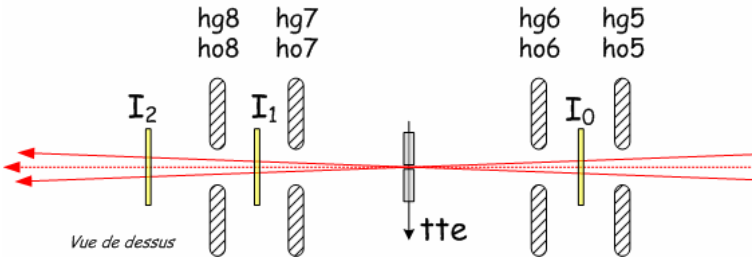


Figure 43 Focalisation sur l'échantillon

Mauvaise focalisation « symétrique »

La tache est large mais symétrique : le point focal est sur l'axe optique mais pas au niveau des fentes.

`mvr foc +0.001` ou `mvr foc -0.001`

Remarque : Actuellement, l'image de la tâche focale est constituée de 2 gaussiennes distantes de 100 µm

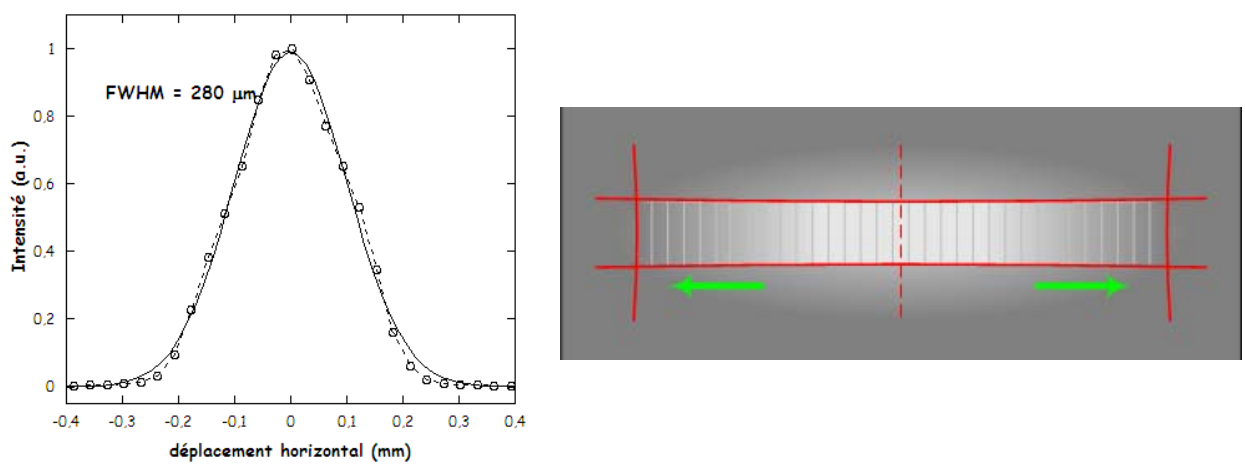


Figure 44. Exemple de profil élargi symétrique / Représentation schématique du faisceau à l'écran

Mauvaise focalisation « asymétrique »

La tache est asymétrique : le point focal n'est plus sur l'axe optique.
`mvr c1 +0.001` (autant de fois qu'il le faut) puis `mvr c2 -0.001`
ou
`mvr c1 -0.001` (autant de fois qu'il le faut) puis `mvr c2 +0.001`
Remarque : il ne faut pas hésiter à choisir franchement une direction (c1 « + » et c2 « - » par exemple) pour voir si l'on améliore ou non la focalisation

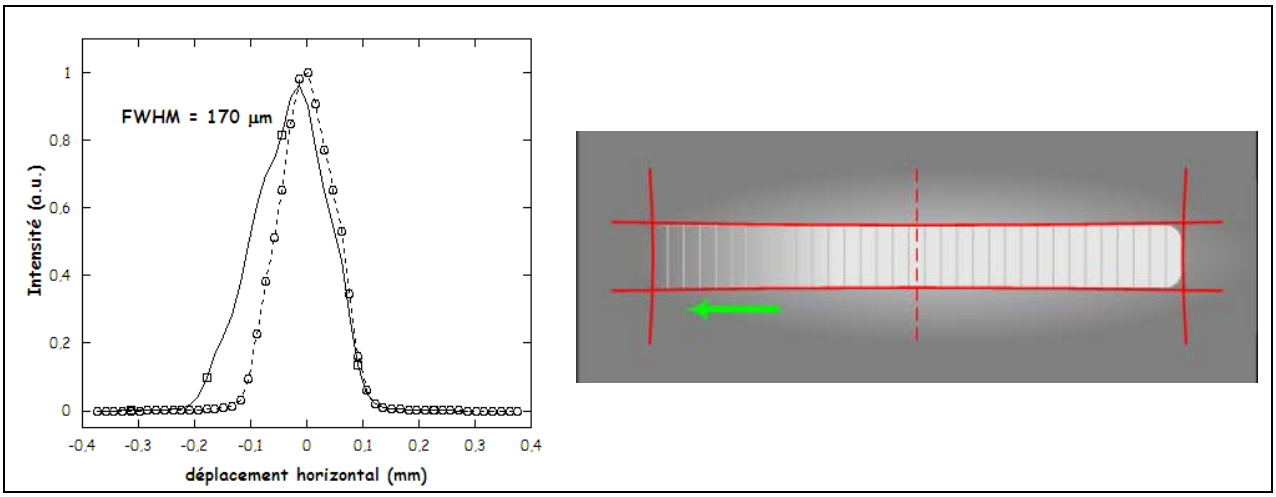


Figure 45. Exemple de profil élargi symétrique / Représentation schématique du faisceau à l'écran

Insérer les paramètres dans le focus

Lorsque les paramètres c1 et c2 sont déterminés, pour les deux énergies E0 et E1, ils peuvent être insérés dans le focus : `memfoc`

4) Parallélisme entre les cristaux : rôle du moteur acc

En phase de réglage ou de redémarrage de la ligne, il est souvent nécessaire de retrouver le faisceau, le parallélisme entre les 2 cristaux du monochromateur étant très sensible 1) aux variations de température et 2) à l'angle de Bragg.

`mvr acc ±0.001`
jusqu'à ce que l'on retrouve le faisceau.

5) Parallélisme entre les cristaux : suivi par le piezoélectrique

Principe

La température du 1er cristal (~ -160°C) étant différente de celle du 2nd (~ 0°C), les distances interplanaires des deux cristaux diffèrent légèrement. Il est donc nécessaire de faire varier l'accord entre ces cristaux au cours du spectre.[4]

Les déplacements mécaniques étant très faibles au cours d'un scan EXAFS, le recours à un système piezoélectrique s'avère être une bonne solution pour effectuer un accord précis du parallélisme pendant ce scan. L'implantation du piezo permet de garder le vérin (moteur acc) pour les réglages « grossiers » (retrouver le faisceau), le piezo permettant d'affiner et d'optimiser automatiquement le parallélisme, *via* un système de détection synchrone. Lorsque le faisceau est trouvé, l'asservissement automatique permet de se maintenir au maximum du flux :

- fréquence d'oscillation du piezo aux alentours de 440 Hz
- amplitude d'oscillation du piezo : 1-2 mV RMS (soit 4-8 nm ou 0, 1 µrad)
- fréquence de mesure du flux : 1 kHz (limite des MCCE)

L'ajustement se fait en minimisant l'amplitude du signal à 1 fois F_{OSC} (ce qui revient à optimiser le signal à 2 fois F_{OSC}). L'intérêt de minimiser la valeur est qu'en cas de perte de faisceau (scan de la table, perte de faisceau dans l'anneau, scan des fentes…) le système ne se dérègle pas (la valeur est nulle).

[4] Proux O., Nassif V., Prat A., Ulrich O., Lahera E., Biquard X., Menthonnex J.-J. and Hazemann J.-L., "Feedback system of a liquid nitrogen cooled double-crystal monochromator: design and performances", *Journal of Synchrotron Radiation* **13** (2006) 59-68

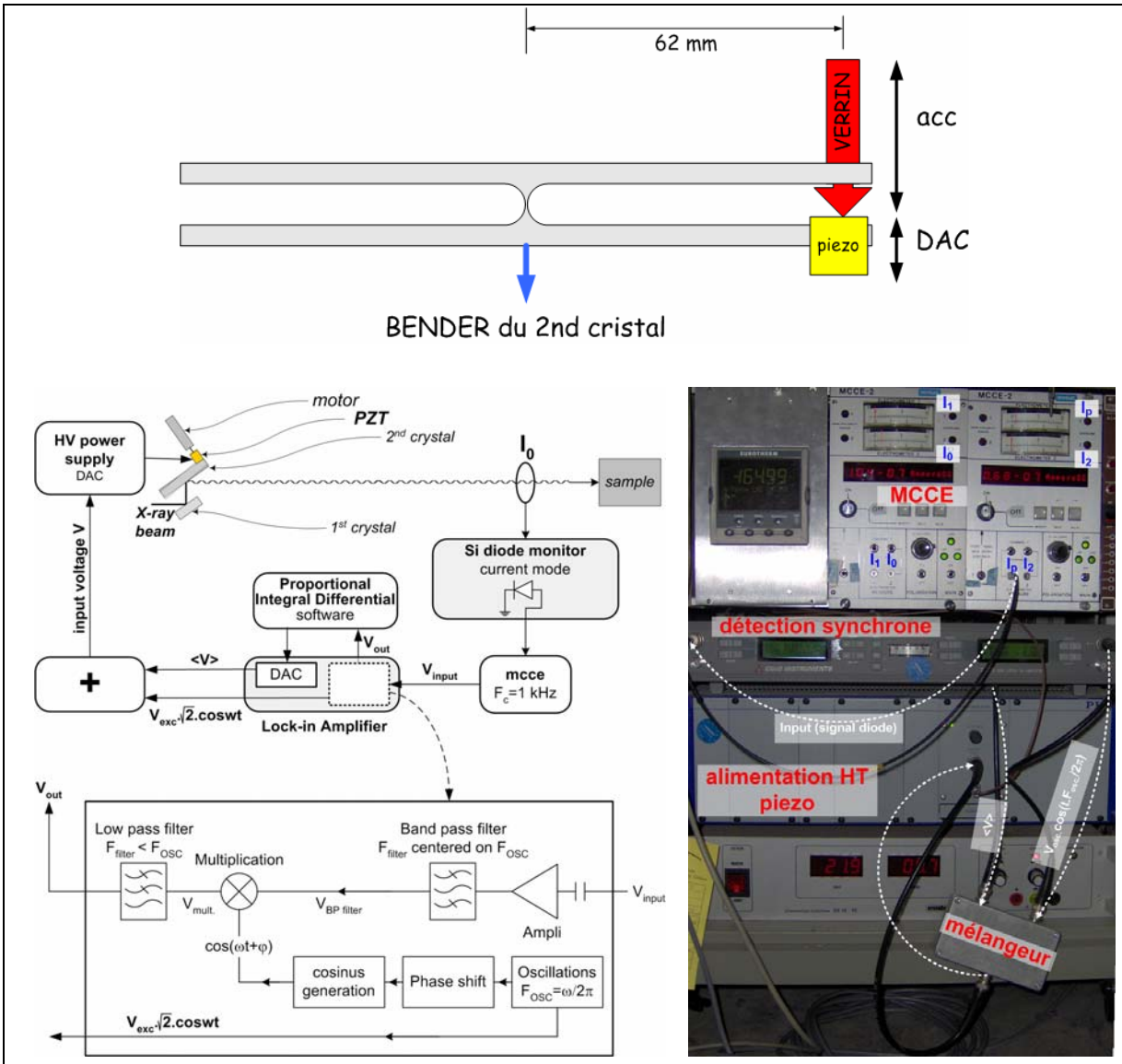


Figure 46. Principe de l'optimisation automatique de l'angle entre les cristaux du monochromateur

Lancement de l'application

Dans une fenêtre X, taper :

`ssh blissadm@mona` (le programme tourne sur mona)

Une fois la session SPEC démarrée, taper `plot` puis `regul` si cela ne se fait pas automatiquement. Une fenêtre s'ouvre permettant de connaître les différents paramètres de l'asservissement :

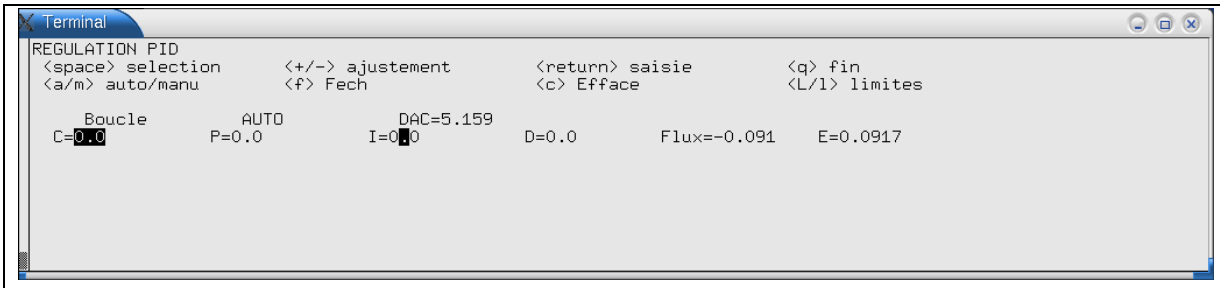


Figure 47. Capture d'écran de l'application "regul"

1) En mode manuel, augmenter la tension (DAC) du piezo jusqu'à environ 5V (pour être au milieu de la gamme) et retrouver le faisceau avec l'acc.
2) Passer en mode automatique, mettre la consigne (C) à 0 et le terme proportionnel du PID (P) à la valeur optimale (la plus grande possible sans que la réponse de la détection synchrone n'oscille, entre 0.01 et 0.2 classiquement)
3) Sous spec, il est possible de changer la fréquence de vibration du piezo: `mv freq 440` par exemple (`wa` pour connaitre la valeur)

Suivi en fonction de l'énergie

Lorsque ce système est actif, il peut être également utile de faire suivre le parallélisme avec le verrin, surtout lorsque les déplacements sont importants (à basse énergie). Dans les paramètres de focus, les valeurs d'acc en fonction de l'énergie doivent être ajustées pour que la valeur du DAC soit toujours de l'ordre de 5V (milieu de gamme). Pour chaque énergie d'optimisation, la valeur de l'acc est automatiquement sauvegardée lorsque l'on fait "`memfoc`".

En cas d'erreur...

En cas de « plantage » du système d'ajustement du parallélisme, il faut revenir à la fenêtre « REGULATION PID ».

1) passer en mode manuel
2) la valeur de tension sur le piezo (DAC) étant fausse (0, 10 ou autre), la changer (valeur C de la boucle), en remettant la valeur précédente si elle est visiblement fausse et/ou en la changeant à la main (+/-)
3) passer en mode automatique et remettre la valeur de consigne (C) à 0.

6) Réglage du tilt

Le faisceau est réglé sur l'axe optique de la ligne lorsque, en changeant d'énergie, sa position demeure inchangée. Si ce n'est pas le cas, il faut faire varier le tilt (`tlt`) du 2nd cristal du monochromateur, en recentrant la table (`tt`) en parallèle.

Comment trouver le sens dans le quel il faut bouger le tilt? Si entre l'énergie de départ et l'énergie de fin du spectre, le centre du faisceau se décale (en valeur tte) en positif, le tilt doit bouger en négatif, la table (tt) en positif. Et inversement. Une fois trouvé le sens de variation de tlt pour que l'écart de position du faisceau diminue, il faut trouver le minimum de déplacement entre les deux énergies.

```
plotselect I1
moveE E0
dscan tte -1 1 20 .1
moveE E1
dscan tte -1 1 20 .1
mvr tlt .0001
moveE E0
dscan tte -1 1 20 .1
moveE E1
dscan tte -1 1 20 .1
```

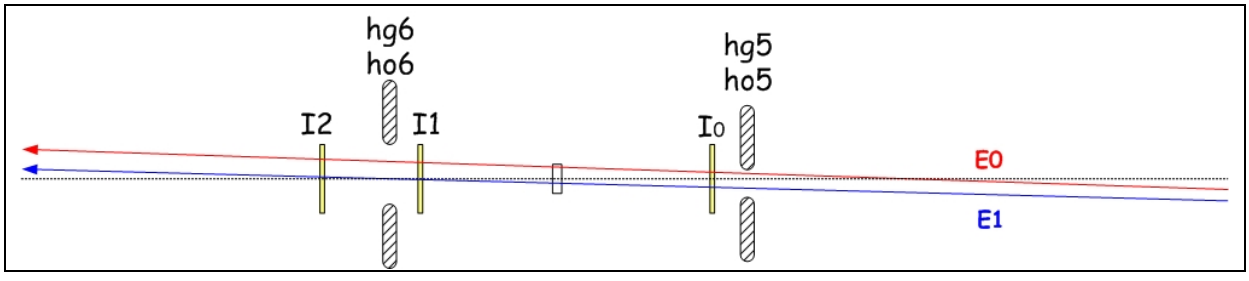
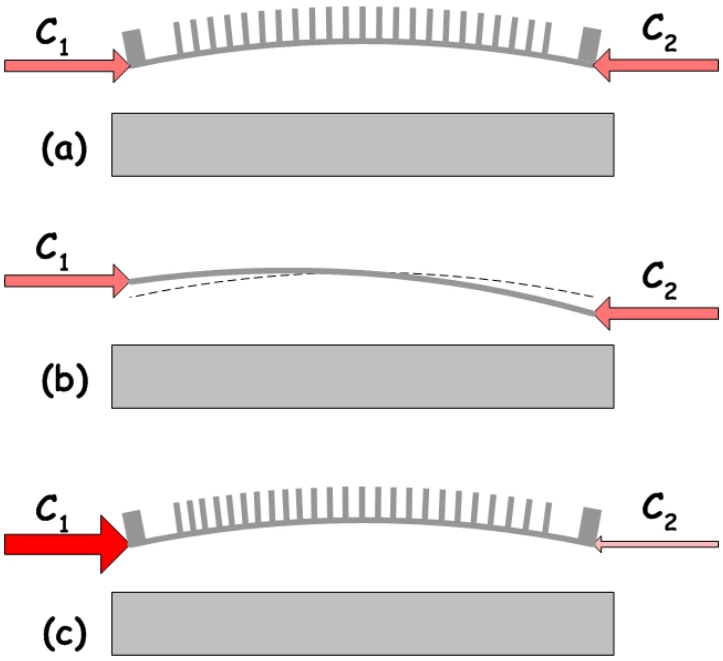


Figure 48. Représentation schématique d'un mauvais réglage du tilt

7) Réglage du tilt : influence sur la focalisation



1er cas : le tilt est bien réglé (a), la focalisation est symétrique (les efforts produits par C_1 et C_2 sont similaires). L'image du faisceau sur l'écran fluo montre que les ailettes du 2nd cristal sont équidistantes.

2ème cas : le tilt est mal réglé (b) : pour « redresser » le 2nd cristal, on va rendre asymétrique la courbure, en courbant plus d'un côté que de l'autre (c). Dans ce cas, sur l'écran fluo, 1) les ailettes ne semblent plus équidistantes et 2) toute la nappe de rayons X ne peut plus être focalisée.

Figure 49. Influence du tilt sur la focalication

Solution : pour décorréler les effets du tilt et de la focalisation, le plus efficace est de régler le tilt en position « cristal plan ». Ce réglage n'est cependant nécessaire que si le mauvais réglage du tilt est vraiment flagrant.

8) Réglage du gamma

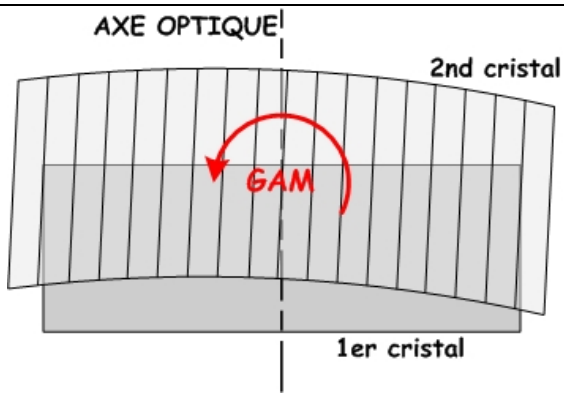


Figure 50. Réglage du gamma

Le moteur gamma permet la maîtrise de l'angle entre l'axe optique de la ligne et l'axe « moyen » du 2nd cristal (Figure 50). Un bon moyen de diagnostiquer un mauvais réglage de l'angle gamma est de suivre, à l'écran, de quelle manière le faisceau « s'éclaire » durant une variation du parallélisme entre les deux cristaux du mono.

Schématiquement, l'évolution est la suivante lorsque le gamma est mal réglé :

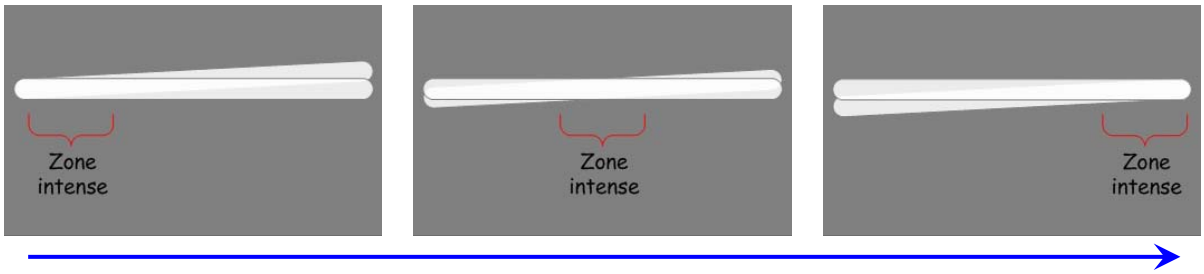
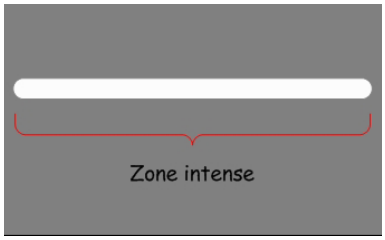


Figure 51. Représentation schématique du faisceau à l'écran pendant un déplacement de l'acc lorsque le gamma est mal réglé (haut), et lorsqu'il est optimisé (droite)



Pour régler : `mvr gam 0.005` jusqu'à obtenir une tache homogène. Cette valeur de déplacement est typique du Si(111) ; pour le Si(220), l'incrément est de l'ordre de 0.1.

N.B. les réglages du courbeur (c1, c2), du tilt et du gamma sont également corrélés. Si la focalisation est asymétrique, on peut « récupérer » avec le tilt, même si c'est loin d'être l'idéal.

Dans certains cas, il peut être nécessaire de faire suivre le gamma pendant un spectre EXAFS, lorsque les réglages au début et à la fin du spectre sont vraiment différents. Cette fonction est désactivée mais les valeurs du gamma sont enregistrées avec `memfoc`.

9) Température du monochromateur

La température du 1er cristal du monochromateur est régulée pour une meilleure stabilité de la ligne (principalement pour s'affranchir des déplacements du faisceau, en position ou en énergie, en fonction du courant dans l'anneau donc de la charge thermique sur ce cristal). Pour lancer l'application permettant de visualiser cette régulation, taper :

`euro` dans une fenêtre X

La fenêtre suivante « Regul temp mono » s'ouvre ».

N.B. : la fenêtre s'ouvre également (si ce n'est déjà fait) lorsque l'on lance un remplissage du séparateur du monochromateur (`refill` depuis la session EXAFS). Toutefois, ce moyen n'est pas le plus approprié car le lancement du serveur dans cette session nécessite de relire les paramètres de focalisation, de scan…

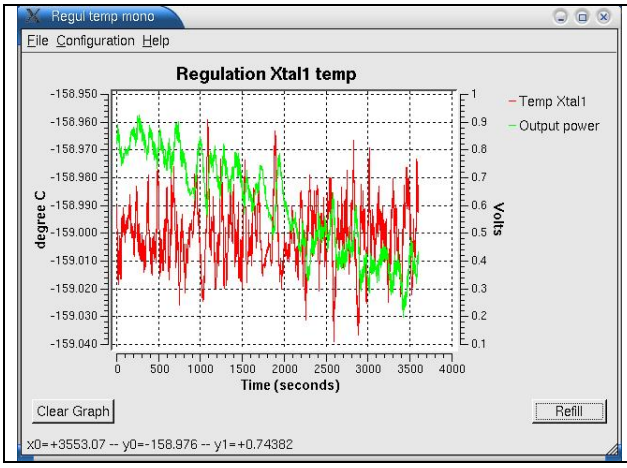


Figure 52. Fenêtre de l'application. En rouge : évolution de la température du monochromateur sur une heure. En vert : évolution de la puissance apportée au 1er cristal pour pouvoir réguler.

- le défilement progresse comme sur un oscilloscope, à partir de la gauche

- sur l'exemple présenté, on voit clairement qu'au cours du temps, la puissance apportée augmente, l'intensité du courant dans l'anneau (donc la puissance apportée par le faisceau) diminuant

A partir de cette fenêtre, il est possible de lancer un remplissage du séparateur de phase (bouton « Refill » en bas à droite) et de changer la température de régulation, dans le menu « Configuration » et la rubrique « Set point » :

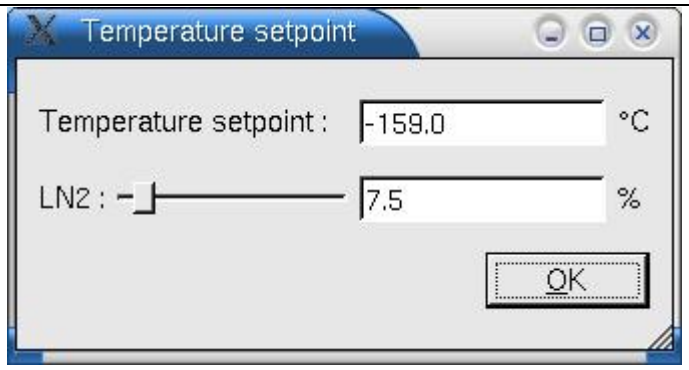


Figure 53. Fenêtre de dialogue pour changer la température de consigne et l'ouverture de la vanne

Dans cette même fenêtre, il est possible de modifier l'ouverture de la vanne d'azote liquide, à partir du curseur ou directement en entrant une valeur (7% semble être un minimum).

Hauteur de la table EXAFS

La table EXAFS

Les angles d'incidence du faisceau sur les miroirs pouvant être ajustés, il est impératif d'aligner la table EXAFS sur le faisceau, la position moyenne du faisceau par rapport aux fentes étant définie par construction.

Ce réglage doit se faire avec les fentes verticales 5 et 6 grandes ouvertes, pour que rien ne limite le faisceau. La procédure à suivre est la suivante :

`set_beam_mode 0` (il faut enlever la sécurité sur la mesure de I_0 lors du scan)
`mv vg5 6`
`mv vg6 6`
`mv hg5 6`
`mv hg6 6`
`plotselect I0`
`dscan ht -3 3 60 0.1`
`set_beam_mode 1` (il faut remettre la sécurité)
`mv ht CEN`
`ztable` (pour associer à une position en énergie une valeur de hauteur de table)

Un bon moyen de voir si la ligne est bien réglée est de superposer les 3 courbes obtenues avec les 3 détecteurs I_0, I_1 et I_2 : si l'ensemble de la ligne ainsi que les blocs de fentes sur la table EXAFS sont bien réglés, les 3 courbes doivent avoir parfaitement la même forme.

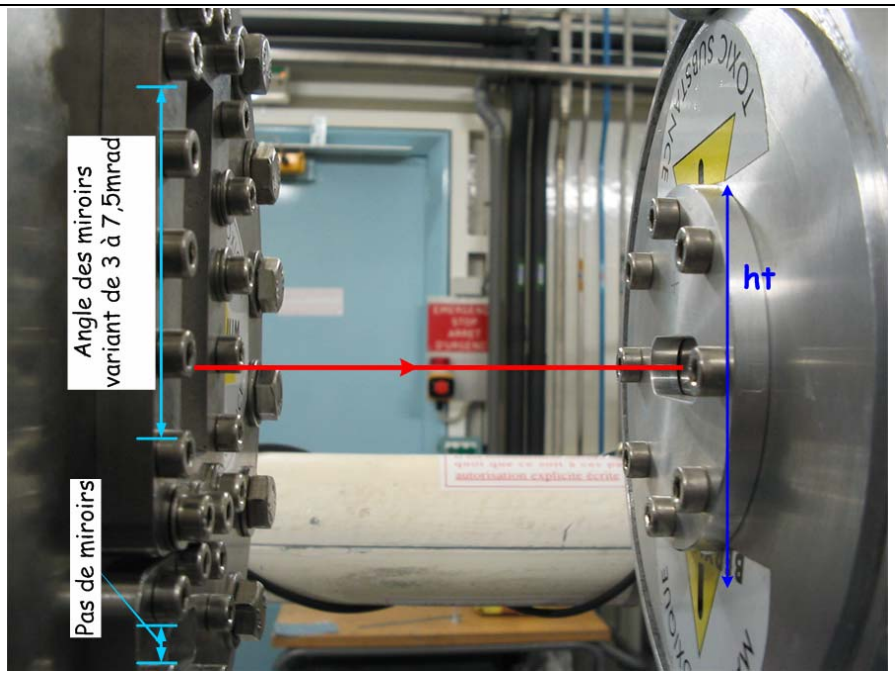


Figure 54. Passage à l'air tube optique / tube d'expérience. A gauche, bride de sortie, avec 2 ouvertures correspondant aux 2 modes de fonctionnement de la ligne, avec ou sans miroir. A droite, bride d'entrée KF100.

Les fentes EXAFS « verticales »

Une fois la table réglée, il est possible de centrer les fentes verticales EXAFS par rapport au faisceau. Exemple pour les fentes 5 :

```
mv vg5 .2 ; mv vg6 6
```

```
plotselect I0
set_beam_mode_0
dscan vo5 -2 2 40 .1
set_beam_mode_1
mv vo5 CEN
mv vg5 2 ; mv vg6 2
```

Suivi en hauteur de la table EXAFS durant un spectre

Le monochromateur fonctionne en permanence en mode « sortie variable » :

```
fixed ouput (yes) or no (no) :  (NO)?)
```

La hauteur du faisceau à la sortie du monochromateur est décalée par rapport à la hauteur d'entrée. Ce décalage est fonction du gap entre les cristaux et de l'angle d'incidence :

$\Delta H = 2 \times gap \times \cos\theta$

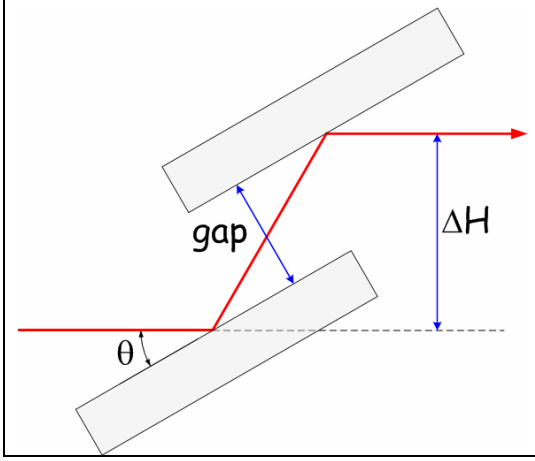


Figure 55. Déviation du faisceau dans le monochromateur deux cristaux

Toute la construction de la ligne a été pensée de manière à ce que la déviation du faisceau par le monochromateur soit de 14 mm. De ce fait, en fonction de l'énergie de travail, donc de l'angle de Bragg, il est nécessaire d'ajuster légèrement le gap :

$$gap = \Delta H / (2\cos\theta) = 14/(2*\cos\theta)$$

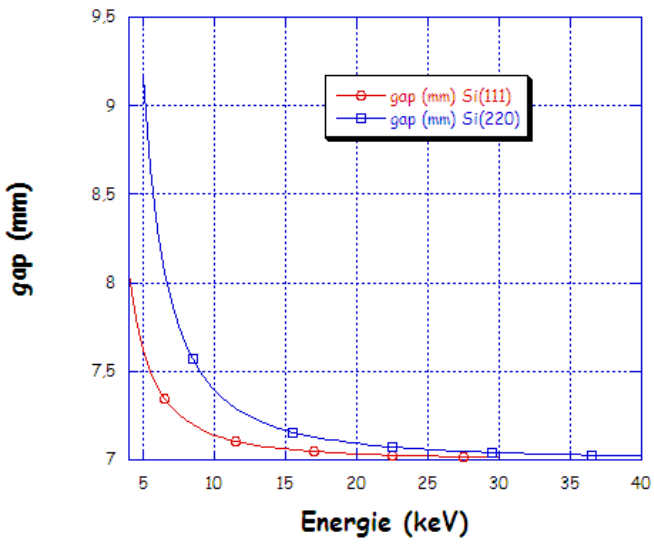


Figure 56. Valeur du gap pour avoir un décalage de hauteur de faisceau de 14mm

Cet ajustement permet de centrer le faisceau diffracté par le 1er cristal du monochromateur sur le 2nd cristal. Toutefois, cette optimisation n'étant valable qu'à une certaine énergie, le

faisceau va changer de hauteur en cours de spectre.

$$\text{variation} = \Delta H)R_{finR} - \Delta H)R_{début}$$

En optimisant le gap au début du spectre, la déviation de hauteur de faisceau 1,2keV après est représentée Figure 57.

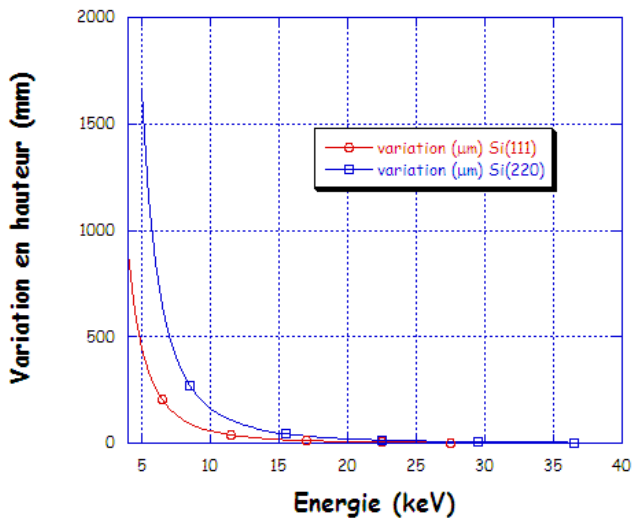


Figure 57. Evolution de la hauteur du faisceau sur 1,2keV sans changement de gap du monochromateur

En fonction de l'importance de la variation de hauteur, il faut que la table EXAFS bouge en cours de spectre :

```
Move exafs table (yes) or (no) during scans  : (YES)?
```

Une série d'opérations simples permet de vérifier que ce mouvement est correct.

1) à $E_{début}$, aligner la table puis centrer les fentes d'alignement positionnées horizontalement, comme indiqué précédemment
2) `moveE` E_{fin} : vérifier si ces fentes sont toujours centrées (si c'est le cas, cela veut dire que le mouvement de la table est correct, sinon…)
3) `moveE` $E_{début}$: ajouter un offset au gap du monochromateur pour corriger le « mauvais » calcul du mouvement de la table :

   `monochromator gap offset (0)? 5` (par exemple)
4) on reprend au point n°2, `moveE` E_{fin}…

Réglage des miroirs

Généralités

Même si cela paraît évident, l'installation des miroirs sur la ligne va entraîner une déviation angulaire verticale du faisceau. De ce fait, la hauteur des éléments optiques situés après M1 va être modifiée, ainsi que l'angle d'incidence du faisceau sur le 1er cristal. La figure ci-dessous schématise ces déviations ainsi que les moteurs utiles pour ce réglage.

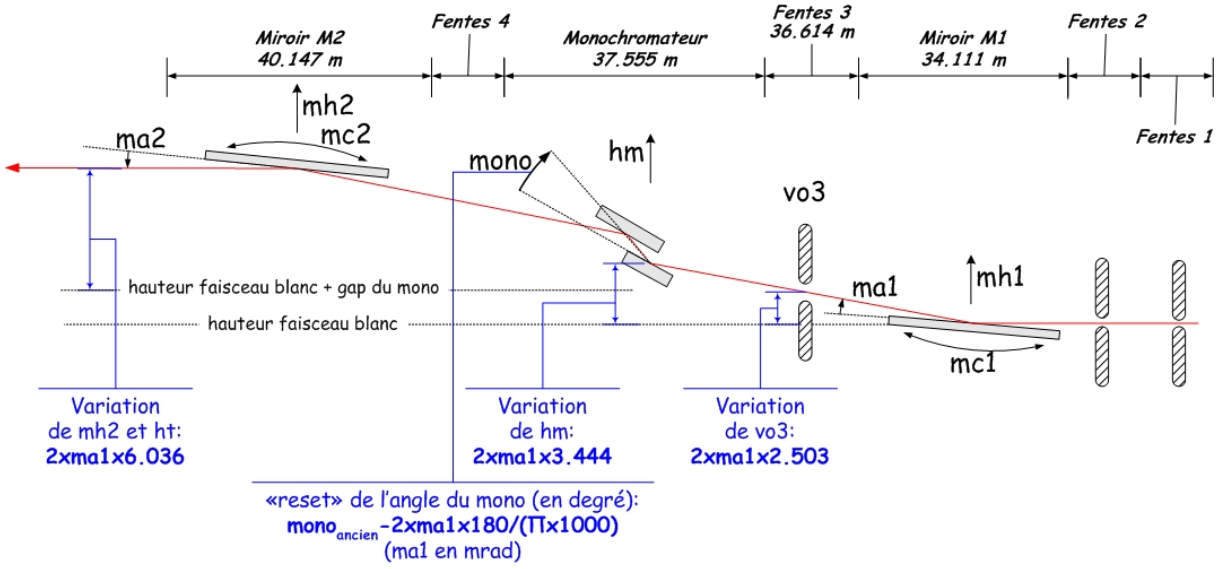


Figure 58. Influence de l'angle des miroirs sur la hauteur des différents éléments.

Trois objectifs principaux pour les miroirs

1) Limiter le taux d'harmoniques dans le faisceau monochromatique (M1 et M2)

2) Collimater le faisceau blanc sur le 1er cristal du monochromateur (M1)

3) Focaliser le faisceau monochromatique sur l'échantillon (M2)

N.B. Pour les changements d'angle, la mise en place et le retrait des miroirs, il est préférable de fermer l'absorbeur, de manière à être sûr que le faisceau blanc ne "touche" pas le 2nd cristal du monochromateur.

Positionnement « manuel »

1) Changement de l'angle d'incidence des miroirs

Une variation de l'angle d'incidence du 1er miroir de δma1 entraîne un changement de la position relative des éléments suivants :

hauteur M1 : inchangée

angle d'incidence de M1 : `mvr ma1 δma1`

hauteur fentes verticales 3 : `mvr vo3 2*δma1*2.503`

hauteur monochromateur : `mvr hm 2*δma1*3.444`

angle du mono : `set mono (mono\avant\ - 2* δma1/1000*180/PI)`

hauteur M2 : `mvr mh2 2*δma1*6.036`

angle d'incidence de M2 : `mvr ma2 δma1`

hauteur table EXAFS : `mvr ht 2*δma1*6.036`

2) Retrait et mise en place des miroirs

Pour retirer les miroirs, il faut appliquer les relations précédentes en considérant un angle final nul. Toutefois, les hauteurs respectives des miroirs M1 et M2 seront alors telles qu'ils seront rasant par rapport au faisceau (plus précisément, si la ligne est réglée de manière optimale, les barreaux intercepteront la moitié verticale de la nappe de photons. De ce fait, il faut, par rapport à la position pour un angle nul :

baisser le miroir M1 : `mvr mh1 -5`

remonter le miroir M2 : `mvr mh2 10`

Ces deux valeurs de -5 et de 10 sont suffisantes pour permettre au faisceau de passer au dessus de M1 et au dessous de M2. Il est préférable de toujours utiliser ces valeurs pour que la remise en place des miroirs soit facilitée.
Pour remettre en place les miroirs avec un angle δma1, il faudra donc faire la procédure inverse, à savoir :

remonter le miroir M1 : `mvr mh1 5`

baisser le miroir M2 : `mvr mh2 -10`

appliquer les relations précédentes.

Positionnement automatisé

Ces opérations de changement d'angle, de mise en place et de retrait des miroirs sont longues et peuvent conduire facilement à des erreurs en cas de fautes de frappe. Pour y remédier, 3 macros SPEC permettent d'effectuer rigoureusement la même chose :

Changement d'angle :`moveM1M2angle [value,` en mrad`]`

Mise en place des miroirs : `insertM1M2 [value,` en mrad`]`

Retrait des miroirs : `removeM1M2`

Affinement des réglages

Ces différentes opérations, quelles soient effectuées manuellement ou *via* les macros, sont parfois un peu « grossières ». Il est très souvent bon de vérifier ses réglages en jouant légèrement sur les différentes hauteurs en regardant à l'écran si cela améliore la qualité du faisceau.

1) Angles des miroirs

Par construction, la précision et la répétabilité des mouvements angulaires des miroirs sont de 0,2 et 0,1 mrad respectivement.[5] Ces grandeurs ne sont parfois pas suffisantes pour un réglage optimal de l'ensemble de la ligne. Une manière d'affiner ce réglage est de contrôler les angles à l'aide d'inclinomètres qui mesurent directement les angles d'incidence.

Deux moyens de mesurer les angles d'incidence: 1) à l'aide de la valeur "moteur", que l'on obtient en tapant wq, 2) à l'aide des inclinomètres. Si les valeurs diffèrent, il faut corriger légèrement la valeur moteur pour que la valeur inclinomètre soit correcte.

[5] Cf Cahier des Clauses Techniques Particulières, disponible sur le site internet de la ligne: http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM30B/Sub-Systems/Mirror/CCTP/

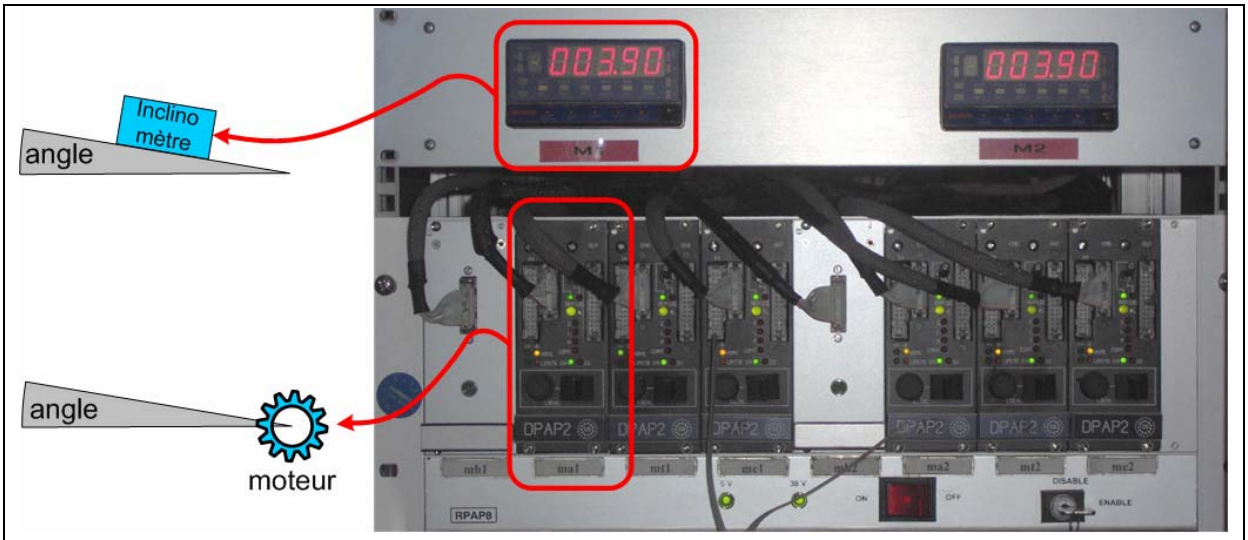


Figure 59. Inclinomètres (en haut) et rack DPAP des moteurs des miroirs (en bas)

2) Hauteur de M2

Le mauvais réglage de la hauteur de M2 est le plus facilement visible. En effet, les fentes verticales 5 et 6 étant ouvertes (vg5 et vg6 de l'ordre de 8), des lobes de diffusion apparaissent si mh2 est mal réglé :
`mvr mh2 ±0.1` jusqu'à faire disparaître les lobes.

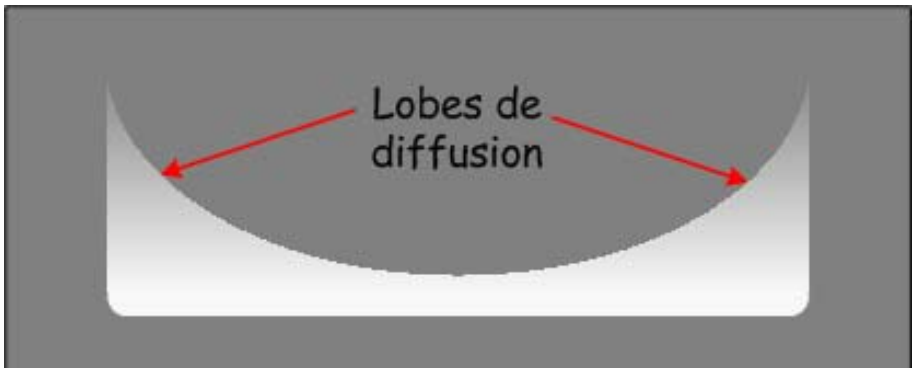


Figure 60. Représentation schématique d'un mauvais réglage en hauteur de M2

3) Calibration en énergie

La précision sur les mouvements des angles des miroirs est correcte pour choisir précisément l'énergie de coupure, mais n'est pas suffisante pour pouvoir se permettre d'éviter de recalibrer le monochromateur après le changement d'angle des miroirs.

4) Hauteurs des différents éléments après un arrêt machine

Après un arrêt machine (MDT), la hauteur du faisceau à la sortie de l'aimant de courbure peut avoir été modifiée, parfois de manière drastique (jusqu'à quelques millimètres !). Il est donc bon de vérifier s'il n'est pas possible d'augmenter le nombre de photons en jouant sur les hauteurs des miroirs, du monochromateur et de la table EXAFS.

5) Ouverture des fentes verticales primaires

Il faut adapter ces ouvertures à l'angle d'incidence des miroirs, de manière à n'illuminer que leur partie réfléchissante, et ainsi éviter la réflexion sur les bords (faisceaux diffusés parasites).

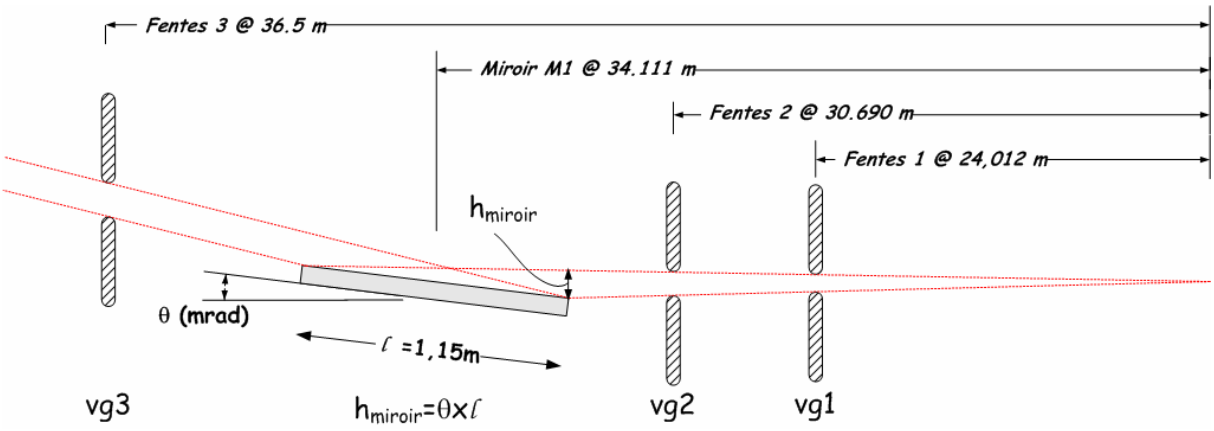


Figure 61. Illumination du 1er miroir: valeurs des ouvertures verticales des fentes (gap)

Avant le 1er miroir, le faisceau est divergent depuis sa source. Les distances à considérer sont celles entre les éléments optiques et l'aimant de courbure, les dimensions verticales sont les gaps verticaux des fentes ainsi que la projection de la longueur du miroir incliné sur l'axe vertical. Les équations suivantes découlent directement:

$$\text{vg1} = \theta \times \text{l} \times \frac{\text{distance fentes 1} - \text{source}}{\text{distance miroir 1} - \text{source}} \text{ et } \text{vg2} = \theta \times \text{l} \times \frac{\text{distance fentes 2} - \text{source}}{\text{distance miroir 1} - \text{source}}$$

d'où

$$\text{vg1 (mm)} = \theta\text{(mrad)} \times \frac{1{,}15 \times 24{,}012}{34{,}111} \text{ et } \text{vg2 (mm)} = \theta\text{(mrad)} \times \frac{1{,}15 \times 30{,}690}{34{,}111}$$

Après le 1er miroir, le faisceau est collimaté (tous les rayons sont parallèles). Sa section verticale est donc invariante, l'ouverture verticale des fentes 3 est donc indépendante de sa position mais uniquement de la hauteur définie par le miroir:

$$\text{vg3 (mm)} = \theta\text{(mrad)} \times 1{,}15$$

En fermant les fentes 3 (codées) à cette valeur nous avons un moyen de vérifier la qualité de la collimation par le miroir. Si en fermant à la valeur nominale les lèvres des fentes:

- mordent franchement dans le faisceau, la courbure de M1 n'est pas assez importante,
- ne mordent pas dans le faisceau, la courbure de M1 est trop importante,
- effleurent le faisceau, c'est tout bon!

Choix de l'angle d'incidence des miroirs

L'inclinaison des miroirs (θ), recouvert de Rhodium, peut varier de 2.8 à 7.5 mrad. Elle conditionne directement leur énergie de coupure :

$$E_{coupure}\text{ (keV)} = 69{,}065/\theta\text{ (mrad)}$$

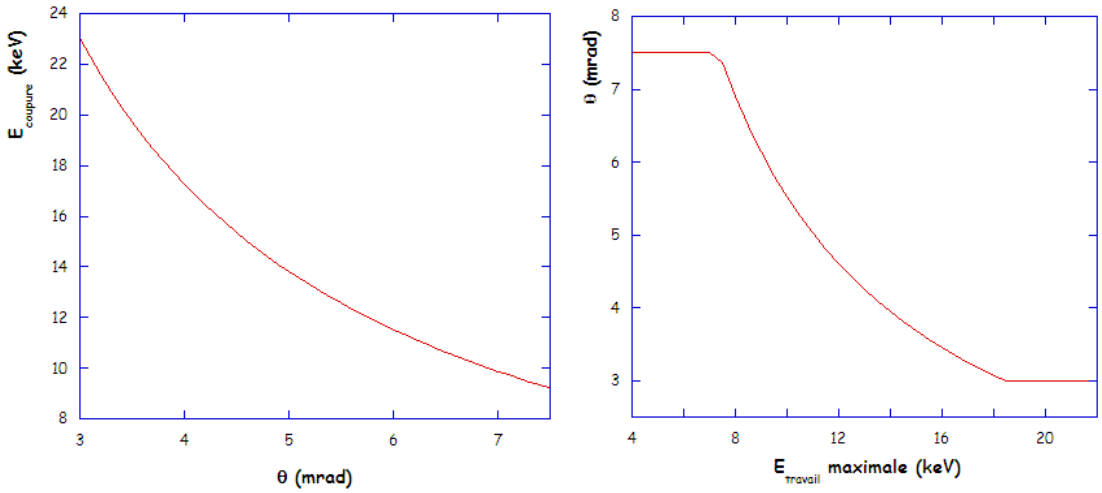


Figure 62. Energie de coupure en fonction de l'angle des miroirs (gauche). Angle des miroirs en fonction de l'énergie de travail maximale (estimation, à droite)

Le choix de l'énergie de coupure est fonction de l'énergie de travail maximale (à la fin du spectre, `ESTOP`), en se donnant une certaine marge. Cela peut se traduire par :

$$\theta \text{ (mrad)} = 0{,}8 \times 69{,}065 / E_{travail} \text{ (keV)}$$

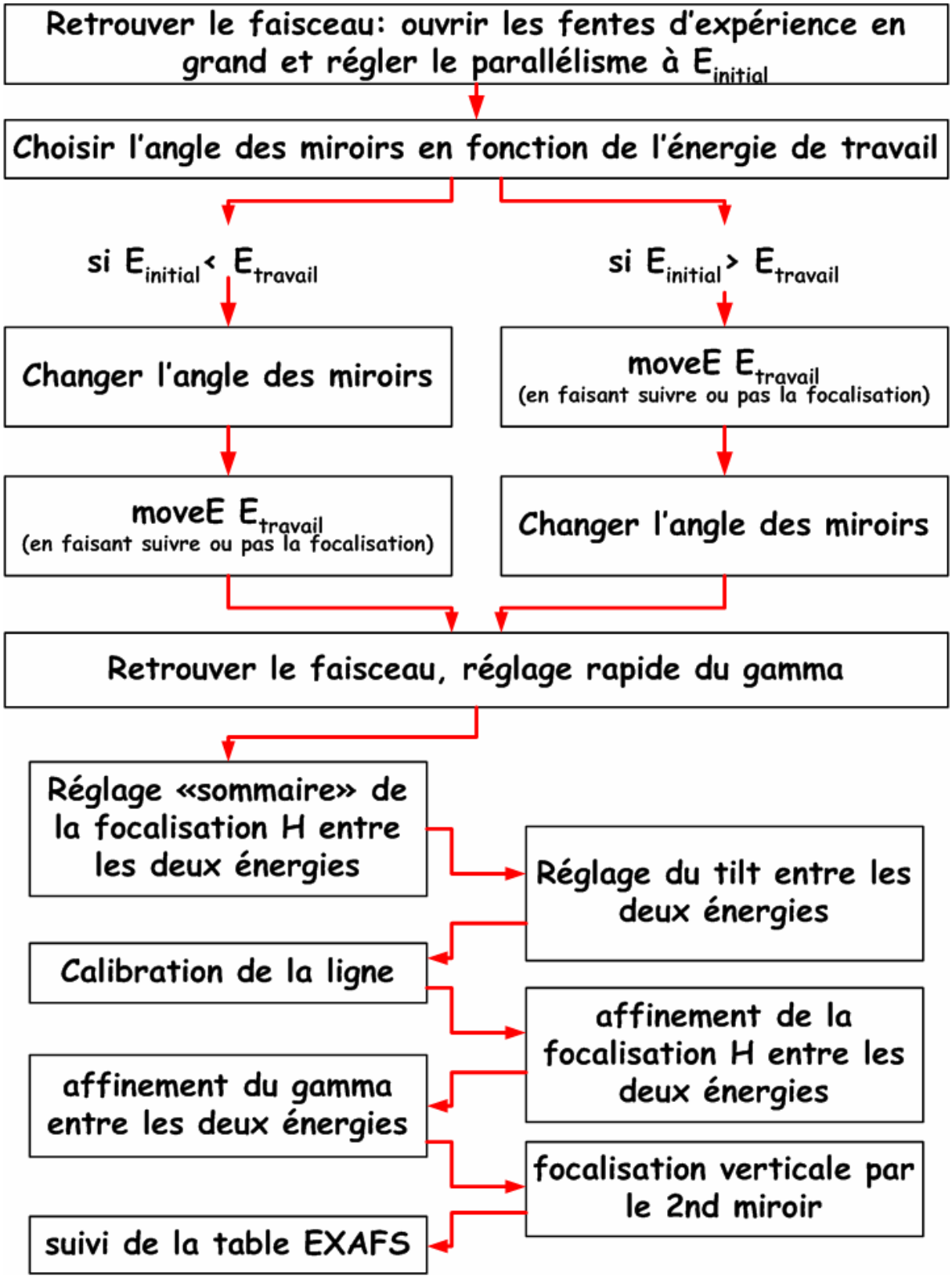
Etant donnée la nature du revêtement du miroir, l'énergie de travail maximale est d'environ 22 keV, le seuil d'absorption K du Rhodium étant 23,22 keV.
Par rapport à un calcul théorique prenant en compte la densité "bulk" du rhodium, un écart entre l'énergie de coupure "théorique" et l'énergie de coupure réelle est clairement visible. Ceci est dû au fait que la densité de la couche déposé est inférieure à celle du massif, de 80% environ. la relation précédente s'écrit donc:

$$\theta \text{ (mrad)} = 0{,}8 \times 0{,}8 \times 69{,}065 / E_{travail} \text{ (keV)}$$

Energie de travail (keV)	θ (mrad)
4	7.50
4.5	7.50
5	7.50
5.5	7.50
6	7.37
6.5	6.80
7	6.31
7.5	5.89
8	5.53
8.5	5.20
9	4.91
9.5	4.65
10	4.42
10.5	4.21
11	4.02
11.5	3.84
12	3.68
12.5	3.54
13	3.40
13.5	3.27
14	3.16
14.5	3.05
15	2.95
15.5	2.85
16	2.80
16.5	2.80
17	2.80
17.5	2.80
18	2.80
18.5	2.80
19	2.80
19.5	2.80
20	2.80
20.5	2.80
21	2.80
21.5	2.80
22	2.80

θ (mrad)	Energie de coupure (keV)
2.8	24.7
2.9	23.8
3	23.0
3.1	22.3
3.2	21.6
3.3	20.9
3.4	20.3
3.5	19.7
3.6	19.2
3.7	18.7
3.8	18.2
3.9	17.7
4	17.3
4.1	16.8
4.2	16.4
4.3	16.1
4.4	15.7
4.5	15.3
4.6	15.0
4.7	14.7
4.8	14.4
4.9	14.1
5	13.8
5.1	13.5
5.2	13.3
5.3	13.0
5.4	12.8
5.5	12.6
5.6	12.3
5.7	12.1
5.8	11.9
5.9	11.7
6	11.5
6.1	11.3
6.2	11.1
6.3	11.0
6.4	10.8
6.5	10.6
6.6	10.5
6.7	10.3
6.8	10.2
6.9	10.0
7	9.9
7.1	9.7
7.2	9.6
7.3	9.5
7.4	9.3
7.5	9.2

En résumé…


Retrouver le faisceau: ouvrir les fentes d'expérience en grand et régler le parallélisme à E initial
Choisir l'angle des miroirs en fonction de l'énergie de travail
si E initial < E travail
si E initial > E travail
Changer l'angle des miroirs
moveE E travail (en faisant suivre ou pas la focalisation)
moveE E travail (en faisant suivre ou pas la focalisation)
Changer l'angle des miroirs
Retrouver le faisceau, réglage rapide du gamma
Réglage «sommaire» de la focalisation H entre les deux énergies
Réglage du tilt entre les deux énergies
Calibration de la ligne
affinement de la focalisation H entre les deux énergies
affinement du gamma entre les deux énergies
focalisation verticale par le 2nd miroir
suivi de la table EXAFS

VII. Systèmes de détection

Mesures des intensités des faisceaux transmis

Principe de la mesure

Les mesures des intensités des faisceaux transmis ne nécessitent pas à proprement parler de réglage, si ce n'est le choix soit de l'épaisseur du kapton à 45° diffusant soit de la nature du gaz diffusant (ou fluorescent). Le principe de la mesure est simple. Deux diodes en silicium encadrent un élément et récoltent les photons diffusé : la somme des 2 courants générés est transmis à la « tête » (les boîtiers plats sur la table) qui va convertir ce courant en fréquence. Les coffrets MCCE permettent alors de lire ces courants et de régler les gains des têtes.

Cas d'un diffuseur en kapton

Actuellement, ce type de mesure n'est utilisé que pour le I_{piezo}, l'ensemble diodes et kapton étant sous vide.

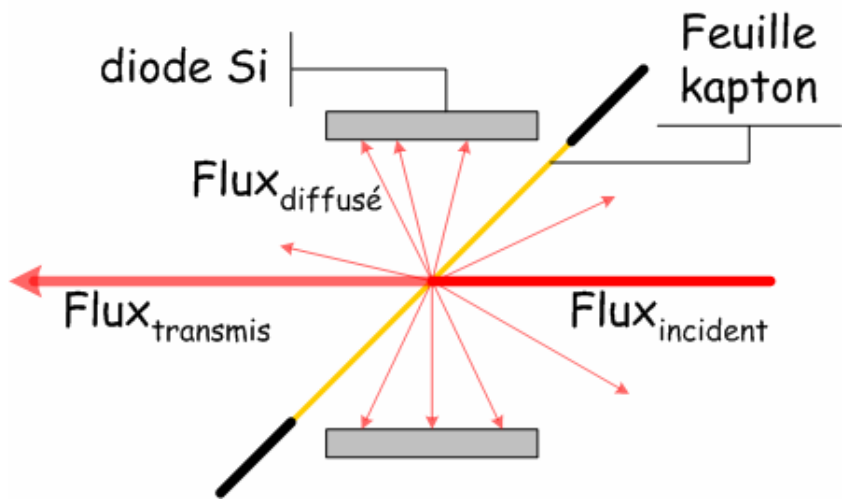


Figure 63. Principe de la mesure de l'intensité des faisceaux transmis (diffuseur kapton)

L'épaisseur de la feuille de kapton est le seul paramètre ajustable du système. Il faut qu'elle soit suffisamment petite pour que la transmission soit la plus grande possible (il ne faut pas que le flux transmis soit trop fortement affecté par la mesure) et en même temps suffisamment épaisse pour que le flux de photons diffusé soit significatif. C'est l'importance de ce flux de photons, et donc l'importance du courant mesuré par les diodes, qui détermine la statistique de mesure.

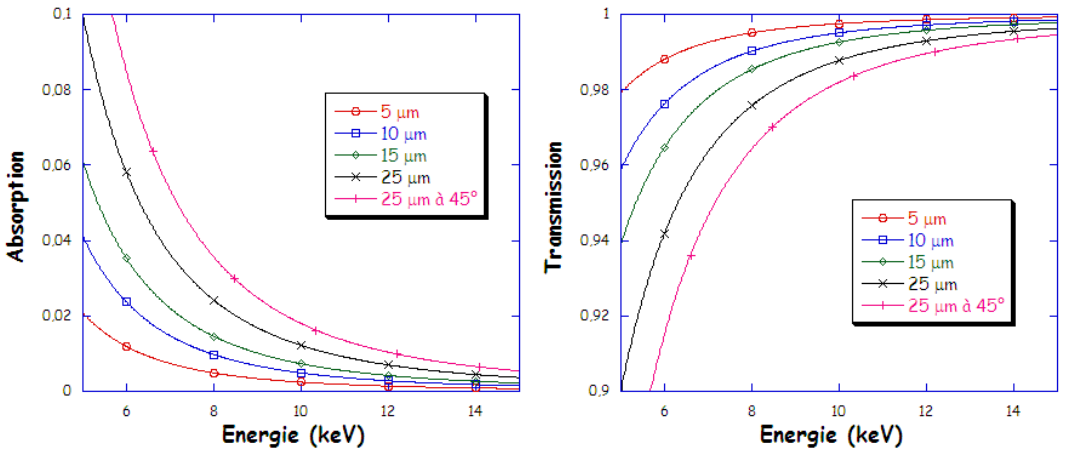


Figure 64. Absorption (gauche) et transmission (droite) du kapton en fonction de l'énergie

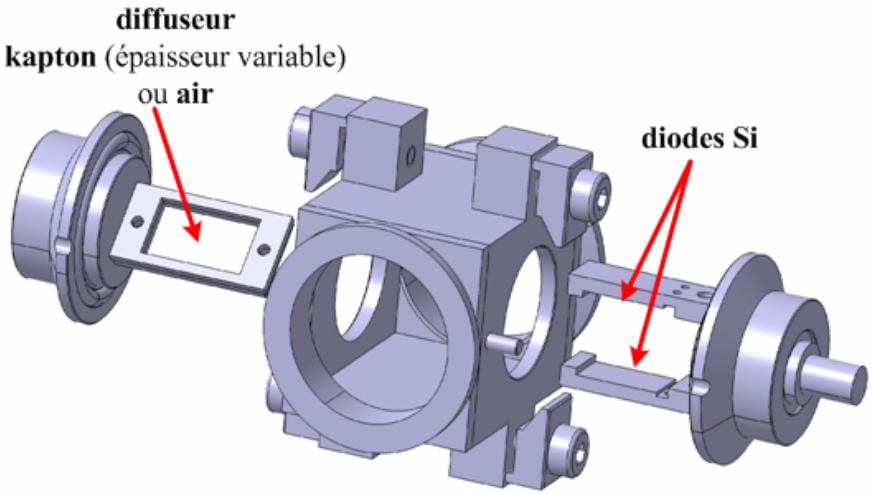


Figure 65. Figure éclatée des porte-diodes. Deux parties du montage : la bride « porte-kapton » (à droite) et l'enceinte avec la bride « porte-diodes » (à gauche). Pour changer l'épaisseur du kapton, il suffit de dévisser le cadre aluminium et de le remplacer.

Utilisation de gaz comme diffuseur

Pour avoir une mesure beaucoup plus précise, indépendante à la fois des inhomogénéités du kapton et des effets de variation de hauteur du faisceau, les mesures des courants pour I_0, I_1 et I_2 s'effectuent avec un gaz en tant qu'élément diffuseur. Le principe de la mesure est alors le même que précédemment si ce n'est que le contrôle de la mesure ne se fait qu'en changeant la nature du gaz (air dans la plupart des cas).

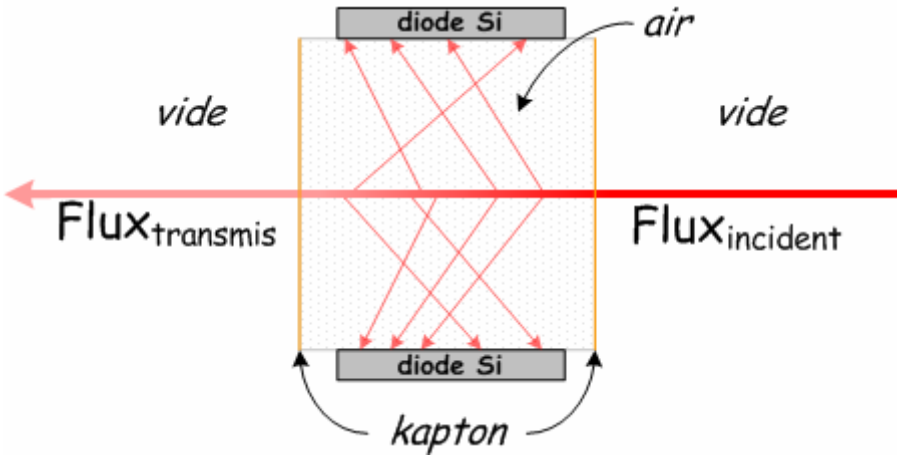


Figure 66. Principe de la mesure de l'intensité des faisceaux transmis (diffuseur: air)

Changement de gamme

Le changement de gamme des diodes est nécessaire lorsque le nombre de coups dépasse $9x10^6$ ($10x10^6$ moins environ $1x10^6$ d'offset, la diode est overload et la lead rouge en haut à gauche du boîtier mcce s'allume) ou lorsque le nombre de coups devient trop faible :

`mcce` nom du détecteur : pour savoir sur quelle gamme on est
`mcce i0` par exemple

`mcce` nom du détecteur `range` gamme : pour changer
`mcce i0 range 1e-8` par exemple

Il faut impérativement remesurer les offsets après coup : `detoffset` ou `O` dans le menu `m`

Valeurs mesurées

Pour chaque diode, 2 valeurs sont significatives : le nombre de coups tel qu'on le mesure lors d'un « ct » et l'intensité du courant. Cette dernière valeur ($3.48x10^{-8}$ sur la

Figure **67**) est la seule réellement significative de la statistique de comptage, puisque par un simple jeu de changement de gamme on peut multiplier d'un ou plusieurs ordres de grandeur la valeur du nombre de coups pour un même nombre de photons diffusés.

Figure 67. Boîtier MCCE permettant le dialogue avec les têtes de conversion Novelec d'une part, la lecture directe des courants mesurés par les diodes d'autre part.

Influence de la position verticale du faisceau dans le cas du dispositif « kapton »

Ce système à deux diodes permet d'avoir un courant globalement indépendant de la position du faisceau. On suppose

1) que l'intensité du faisceau diffusé est isotrope,
2) que l'intensité du courant délivré par les diodes est simplement proportionnelle à l'angle défini par le point d'impact et la dimension latérale de la diode (L),
3) que l'intensité est symétrique selon la direction longitudinale,
4) que l'absorption du faisceau diffusé par le kapton est négligeable (les courants mesurés par les diodes sont symétrique, $I_{haut}(x)=I_{bas}(-x)$

L'intensité du courant total s'exprime alors :

$$I \propto \theta + \theta' = \text{inv}\tan\left[\frac{x+L/2}{d-x}\right] + \text{inv}\tan\left[\frac{-x+L/2}{d-x}\right] + \text{inv}\tan\left[\frac{x+L/2}{d+x}\right] + \text{inv}\tan\left[\frac{-x+L/2}{d+x}\right]$$

où d est la distance entre le centre du kapton et la diode et x l'écart à ce centre.

Pour L=10mm et d=6mm, ce calcul montre que l'intensité est constante à mieux que 0,1% pour une déviation inférieure à ±0,8mm (Figure 68 gauche).

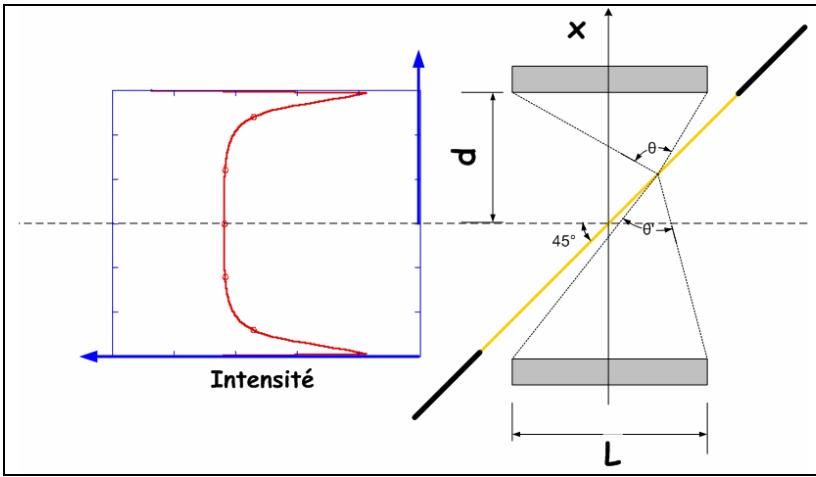


Figure 68. Evolution de l'intensité délivrée par les diodes en fonction de la position du faisceau

Artefacts de mesure : faisceaux parasites

Chaque diode mesure l'intensité du flux de photons reçus quel qu'en soient leurs origines. Toutes les contributions non désirées doivent être limitées, principalement en collimatant au maximum le faisceau principal :

1) faisceau diffusé par l'ensemble des éléments optiques de la ligne (fermer les fentes VG5 au plus près du faisceau direct)
2) faisceau retrodiffusé (pour I_0) ou diffusé (pour I_1) par l'échantillon (collimater par des masques au plomb sur les fenêtres en Béryllium, après avoir précisé la position du faisceau avec du papier rose)
3) faisceau diffracté par l'échantillon

Spécificités des réglages pour les mesures en transmission

Pour une expérience en transmission, il est indispensable de s'assurer de deux choses :

1) Les distances diode I_0 – échantillon et échantillon – diode I_1 doivent être égales
2) Le faisceau doit être focalisé sur l'échantillon

De cette manière les divergences vues par les deux diodes sont rigoureusement équivalentes et la compensation entre les deux intensités I_0 et I_1 la meilleure possible.

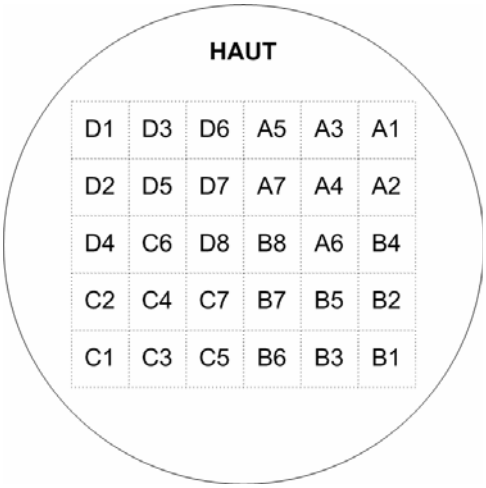
Détecteur solide Germanium (Canberra 30-éléments) XAS

Généralités

1) Le **détecteur** doit être **en froid** (77K) depuis au moins 24h avant de pouvoir l'utiliser.

2) De plus, les 3 racks de la baie détecteur qui contiennent les cartes 2016 doivent être allumés depuis également 24 h pour que l'électronique soit à la bonne température.

3) La **HT** doit être montée progressivement à **maximum 1,3 kV**.



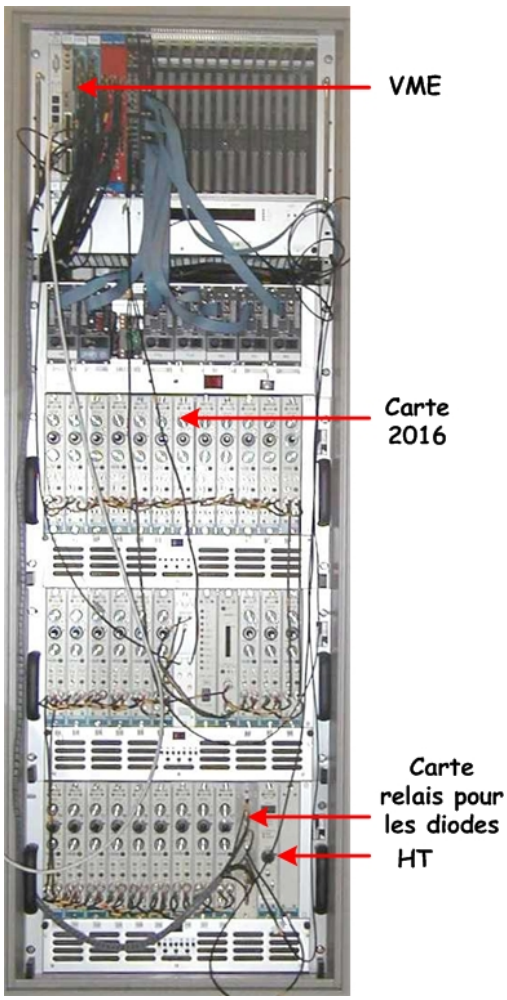


Figure 69. Schéma de la position des 30 éléments du détecteur (haut) et baie d'électronique du détecteur (droite).

4) Chaque carte 2016 (les initiés prononcent « vingt-seize ») présente 1 bouton de sélection du shaping time et 2 boutons de réglage de Gain (le réglage des gains est fait pour un shaping time donné). Normalement, la led verte "rate" clignote au rythme des photons détectés. Mais il se peut que celle-ci soit allumée en continue : l'électronique associée à cet ou ces éléments est saturée. Pour y remédier, manœuvrer alors le "Gain grossier" d'un cran vers les valeurs supérieures puis revenir à la position d'origine. Cette saturation est souvent associée à un élément n'enregistrant que du bruit de fond, ou bien encore un signal très faible et constant, un spectre en énergie de forme "étrange", un spectre dont les pics se "baladent" en énergie…

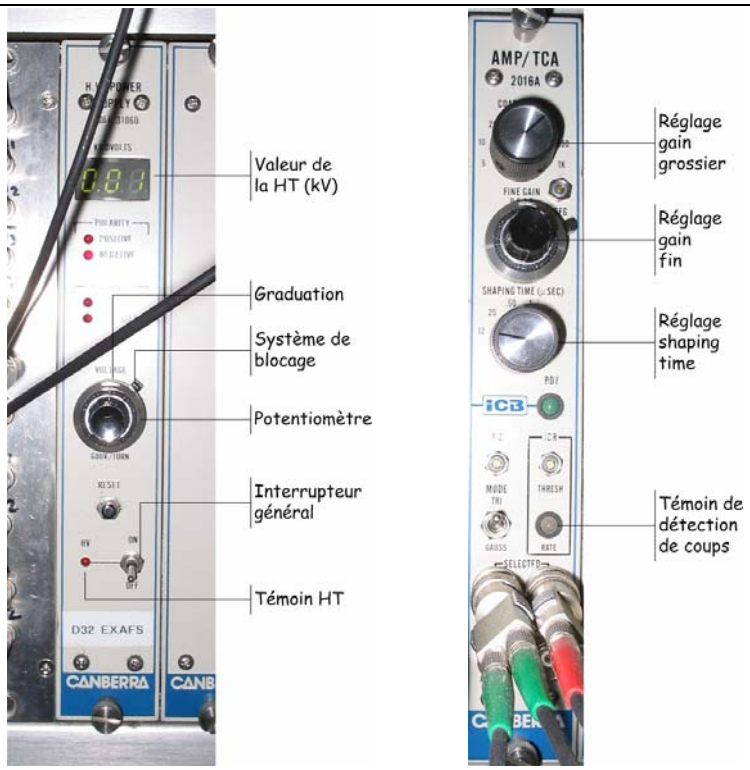


Figure 70. Carte haute tension du détecteur (gauche) et amplificateur 2016 (droite)

Lancement de l'application Canbgui

Le réglage du détecteur de fluorescence Canberra s'effectue maintenant sous **canbgui**. Pour lancer la session, cliquer sur l'icône Canberra dans le menu déroulant de la barre de tache.

Autre solution, taper dans une session SPECMCA :

```
canberragui
```

Deux fenêtres apparaissent alors, la fenêtre de dialogue **canbgui** et la fenêtre graphique.

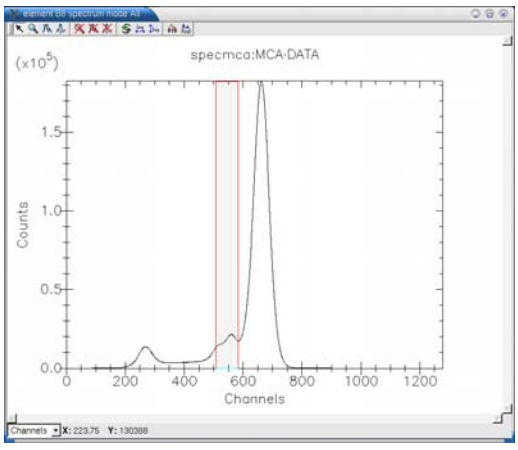
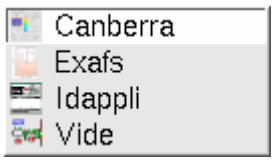


Figure 71. Fenêtre graphique de l'application canberragui (droite). Menu déroulant de lancement rapide (bas).



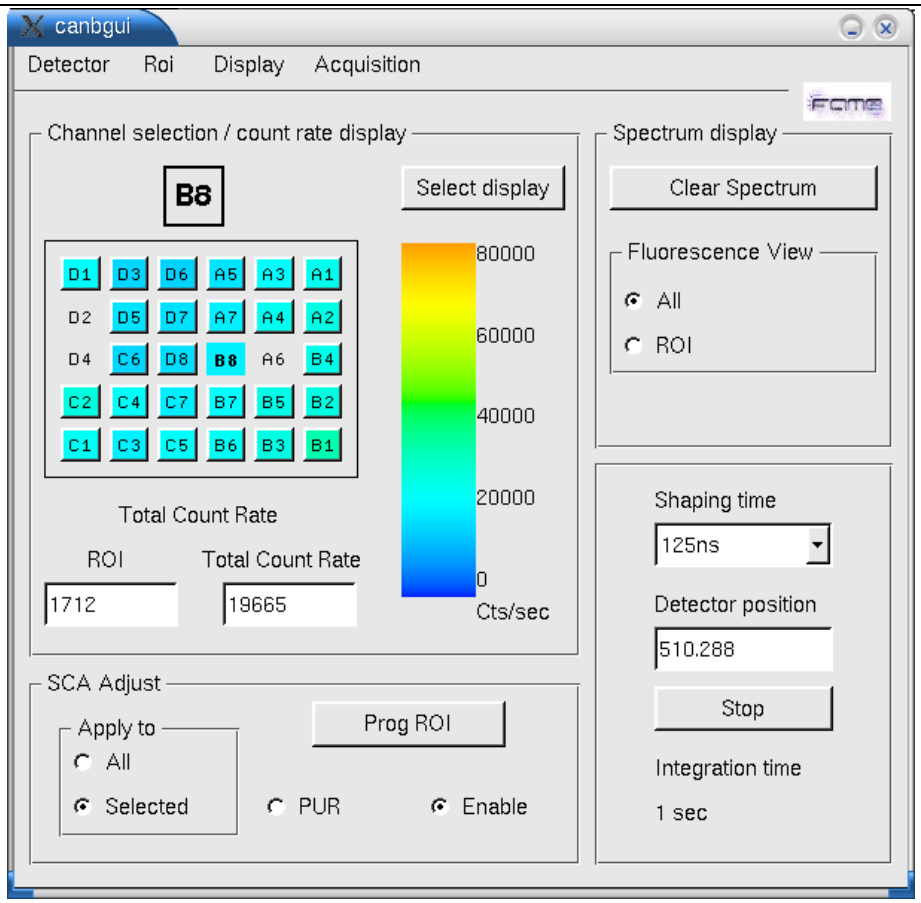


Figure 72. Fenêtre de contrôle de l'application Canberragui

La fenêtre de dialogue

1) Boîte *Channel selection / Count rate display*

Dans le cadre, le nom de l'élément sélectionné (ici B8). Pour changer, cliquer sur un autre des éléments représentés en dessous. La disposition de ces 30 éléments respecte leur disposition réelle, le faisceau arrivant par la droite. Le dégradé de couleur permet d'imager le taux de comptage de l'ensemble des éléments. Les couleurs de chaque élément permettent de visualiser facilement la saturation ou non des éléments, le bon alignement du détecteur... Pour que cet affichage soit remis à jour, il faut, dans la session EXAFS, taper :

```
ctl
```

ou, pour actualiser en continu :

```
canberragui
```

Cette actualisation peut être arrêtée par un « CTRL C » dans la session EXAFS.

Lorsque le nom n'est pas coloré (cas d'A6, D2 et D4) c'est que le détecteur n'est pas « enable ».

Select Display : soit l'affichage montre le nombre de coups total (*Total Count Rate*, comme c'est le cas ici) ou le nombre de coups de fluorescence.

ROI : nombre de coups de fluorescence mesuré par le détecteur sélectionné

Total Count Rate : nombre de coups totaux mesuré par le détecteur sélectionné

2) Boîte *Spectrum display*

Clear Spectrum : effacement du spectre dans la fenêtre graphique

Fluorescence View : *All*, spectre total des photons recueillis par le détecteur sélectionné, ou *ROI*, spectre dans la fenêtre

3) Boîte *SCA adjust*

Apply to : les opérations que l'on effectue à partir de cette fenêtre s'appliquent au seul module sélectionné (case *Selected* cochée, comme c'est le cas ici), ici le B8, ou à tous les modules (case *All* cochée). Pour éviter toute fausse manœuvre, lorsque l'on sélectionne *All*, ce n'est que pour une seule opération : on rebascule ensuite automatiquement sur *Selected*.

Prog ROI : après avoir sélectionné une région particulière dans le spectre de fluorescence (cf. application graphique), on peut programmer cette ROI (Region Of Interest), pour un (*Selected*) ou pour tous (*All*) les éléments.

PUR : à cocher lorsque l'on veut utiliser la fonction de réjection automatique des empilements (utilisation très rare).

Enable : pour activer (bouton coché) ou non (Disable) le détecteur sélectionné

4) Boîte *Shaping time*

Ce menu déroulant permet de sélectionner le shaping desire, 125ns ou 500ns par exemple. Le choix du shaping time ne se fait pas "physiquement" ici. L'indication que l'on fait sert juste au programme à savoir quel temps de mise en forme est choisi sur les cartes 2016 pour pouvoir prendre en compte les fichiers appropriés: se servir de l'interrupteur "shaping time".

Une fois le shaping time sélectionné, le menu déroulant disparaît et la valeur s'affiche, en rouge : le fichier de calibration ne correspond pas au shaping time, il faut le lire (cf. *Menu Detector*) pour qu'il devienne noir et les conditions de mesure correctes.

En choisissant le shaping time, le niveau haut du nombre de coups mesurés est alors remis à jour (maximum 30 000 pour 500ns, 80 000 pour 125ns).

5) Boîte *Detector position*

Pour optimiser le nombre total de coups mesurés par les éléments, il est possible de bouger le détecteur de fluorescence directement dans cette application.

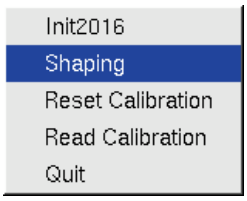
6) Menu *Detector*

Init2016 : réinitialisation des 2016 (ou `canbinit` dans une fenêtre X)

Shaping : pour réobtenir le menu déroulant

Reset Calibration : comme son nom l'indique

Read Calibration : indispensable après avoir choisi le shaping time



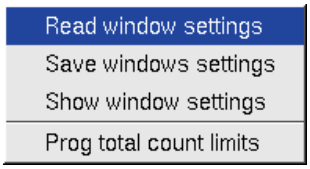
7) Menu *ROI*

Read... : pour lire des anciennes fenêtres

Save... : pour sauver toutes les fenêtres

Show... : pour les visualiser

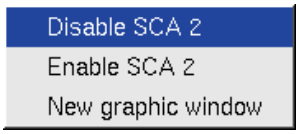
Prog... : pour programmer le nbr de cps total (SCA2)



8) Menu *Display*

Disable SCA2 : désactiver le SCA2 (mesure du nombre de coups totaux reçus par chaque élément)

Enable SCA2 : activer le SCA2

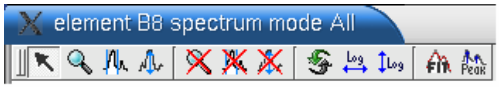


9) Menu *Acquisition*

Integration time : tps d'intégration pour l'acquisition d'un spectre de fluo avant de le sauvegarder (***Save Spectrum***)

La fenêtre GRAPHIQUE

Le nom de la fenêtre graphique rappelle le détecteur sélectionné ainsi que le mode d'affichage (*all* ou *ROI*).



1) Boutons d'action utilisés

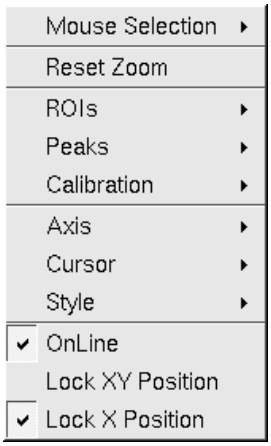
Zoom / pleine échelle. *N.B.* lorsque la mise à l'échelle automatique est activée, le zoom est inopérant

Mise en place / retrait des ROI

Positionnement manuel des pics / retrait

Echelle logarithmique sur l'axe des X ou des Y

Recherche automatique des pics



2) Bouton de droite de la souris

Différentes possibilités mais les 3 plus utilisées sont :

- ***OnLine*** : arrêt/démarrage de l'acquisition
- ***Lock XY Position*** : arrêt de la mise à l'échelle automatique en X et Y

Lock X Position : arrêt de la mise à l'échelle automatique en X

Programmation des fenêtres

1) Lecture des fichiers existants

Dans le menu Detector, lire le fichier de calibration. Dans le menu ROI, lire les fenêtres déjà programmées pour la fluorescence désirée. Si les fenêtres sélectionnées sont correctes, c'est fini, sinon…

2) Programmation des fenêtres pour la fluorescence

Pour visualiser la fenêtre caractéristique de la fluorescence que l'on veut mesurer, il faut invalider la fenêtre SCA 2 pour tous les modules :

Menu Display : ***Disable SCA 2***

Positionner une ROI sur le pic de fluorescence :

Apply to : ***All***
Fluorescence View : ***All*** (visualisation de tous les pics)
Sélection du 1er élément : ***A1***, en haut à droite
Positionnement de la fenêtre ROI autours de la fluorescence
Prog ROI
Fluorescence View : ***ROI*** (visualisation du pic de fluo « isolé »)

Tous les modules sont maintenant programmés avec la même ROI pour le 1er SCA. Cependant, il est toujours préférable de vérifier ce réglage, module par module.

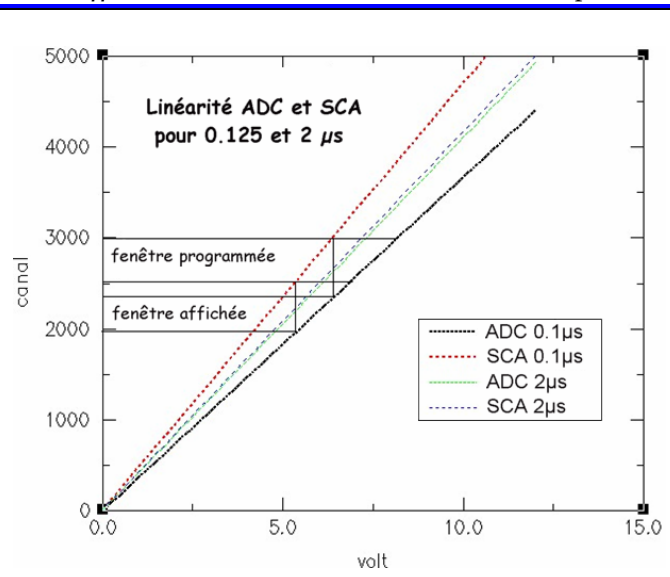
Apply to : ***Selected***
Sélection du 2ème élément : ***A2***
Fluorescence View : ***All*** (visualisation de tous les pics)

Fluorescence View : ***ROI*** (visualisation du pic de fluo « isolé »)

Est-ce que le pic de fluo dans le spectre total est correctement « isolé » ? Si besoin est, on programme une nouvelle ROI

Sélection du 3ème élément : ***A3***
etc jusqu'au module 29 (module ***D8***)

△ *La position idéale de la ROI peut être décalée par rapport au pic de fluorescence. Ce n'est gênant que pour la facilité de programmation des fenêtres et n'a aucune influence sur le résultat final. Cette différence provient de la différence de calibration des gains entre le SCA (échelle des « pics de fluorescence ») et l'ADC (échelle des ROI). Plus le shaping time est faible, plus la différence entre les deux échelles est importante.*



canberra.py

	Low threshold (roi)	High threshold (roi)	Low threshold (sca2)
A1	704	773	204
A2	705	786	205
A3	706	787	205
A4	705	800	208
A5	717	809	212
A6	686	771	197
A7	710	807	211
B1	716	808	208
B2	717	825	212
B3	729	809	212
B4	717	803	211
B5	730	831	217
B6	741	814	215
B7	738	801	213
B8	684	762	199
C1	731	825	212
C2	744	832	216
C3	722	783	209
C4	727	799	211
C5	730	799	212
C6	723	784	212
C7	740	831	218
D1	734	794	213
D2	725	794	210
D3	707	803	212
D4	687	772	203
D5	729	805	213
D6	698	786	205
D7	714	803	210
D8	716	806	210

print close

Figure 73. Courbes de linéarité entre l'ADC (programmation des ROIs) et le SCA (échelle des pics de fluorescence), à gauche. Fichier récapitulatif des ROIs, à droite

A chaque fois que l'on programme une ROI, le fichier récapitulatif canberra.py est mis à jour et s'affiche automatiquement.

3) Choix des fenêtres SCA2

Cette fenêtre va nous permettre de compter le nombre de coups total reçu par chaque module (2nde ligne de la liste des éléments dans un ctl).

Positionnement d'une fenêtre ROI de 100 à environ 3000
Menu ROI : ***Prog total count limits***

△ il est préférable de commencer vers le canal 100 pour filtrer le bruit électronique (si l'on commence dès le canal 0, il y aura des coups sur le SCA2 même sans faisceau).

△ il est impératif que le n° du canal supérieur du SCA2 (dernière colonne de la fenêtre *canberra.py*) soit inférieur à 4096 (2^{12})

4) Sauvegarde des paramètres

Menu ROI : ***Save window settings***

Paramètres des cartes 2016

1) Mesure des pics

Pour connaître la position moyenne de tous les pics de fluorescence, la macro canberra est utilisée sous SPECMCA :

`mcaguioff`, pour que l'affichage s'effectue dans une fenêtre spec
`mcaroi`, éventuellement, pour limiter le domaine (en canaux) affiché
`ECAL=valeur` en eV par canaux (de l'ordre de 10) pour calibration
`canberra n`, où n est le nombre de secondes d'acquisition par élément

Dans le répertoire temporaire, le fichier `canberra.rap` est créé, fichier regroupant, pour chaque élément, la position de la raie principale et la largeur (en énergie) de cette raie. Pour imprimer :

```
kprinter \tmp\canberra.rap
```

Si toutes les raies sont globalement à la même position (à ±2 canaux), c'est bon, sinon il faut régler les gains.

2) Réglage des gains

Pour régler les gains, élément par élément, on utilise la macro canbgain, qui permet de visualiser dans une fenêtre spec le pic de fluorescence sélectionné (en général la raie K_α du Mn délivré par une source de Fe_{57})

`mcaguioff`

`canbgain tps d'acquisition module, canbgain 2` 5 par exemple, pour visualiser l'élément 5, A4, avec une acquisition de 2 s

3) En fonction du shaping time…

L'ADC a deux modes de fonctionnement : le mode Peak Detect et le mode Delayed. Dans le premier, l'électronique de l'ADC active un signal (porte linéaire) entre les moments où le signal d'entrée dépasse le seuil bas de l'ADC et le moment où la valeur pic est détectée. Dans le second mode l'ADC active ce signal pour une durée déterminée à partir du moment où le signal d'entrée dépasse le seuil bas. La durée de ce signal est réglable avec un tournevis par le potentiomètre en face avant. Pour qu'une conversion soit validée il faut que le signal gate de l'ADC arrive pendant la porte linéaire. Pour les constantes de temps de mise en forme 0.125, 0.250 et 0.5 µs le mode Peak Detect convient. Pour les autres constantes il faut passer en mode Delayed est ajuster la durée de la porte.

Lorsque le shaping time est important (à partir de 1µs), il est également nécessaire de passer en mode "anti-coïncidence":

```
91.SPECMCA> adcctl (état des lieux)
Current settings : [pha] [coincidence] [early] [auto] [overlap]
[nonLTCPUR]
92.SPECMCA> adcctl anti (pour passer en mode anti-coïncidence)
93.SPECMCA> adcctl coinc (pour passer en mode coïncidence)
```

Vue d'ensemble

La fenêtre d'entrée en béryllium du détecteur est fragile mais elle est prévue pour fonctionner avec le détecteur sous vide. Le plus important est surtout, avant de commencer une expérience, de vérifier :

- l'alignement du détecteur longitudinalement au faisceau, de manière à positionner la normale au détecteur sur l'échantillon
- le bon fonctionnement des limites électriques, surtout celles du côté de l'échantillon.

En cas d'utilisation d'un dispositif imposant, il faut bien régler la limite « réglable » pour prendre en compte l'encombrement du porte-échantillon, en gardant à l'esprit que ce même porte-échantillon peut se déplacer.

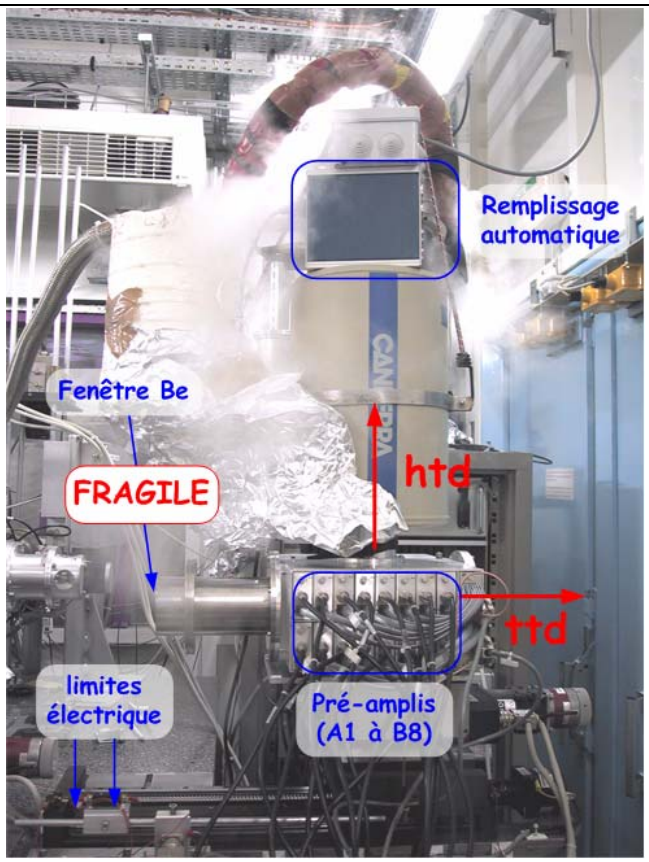


Figure 74. Détecteur Canberra en fonctionnement

Détecteur solide Silicium (Vortex, mono-élément)

Généralités

Le détecteur Vortex est un détecteur solide silicium résolu en énergie mono-élément. Son fonctionnement est sur certains aspects identiques au Canberra (nous utilisons la même électronique), sur d'autres différents (refroidi par effet Peltier, il n'a pas besoin d'être mis en fonctionnement très longtemps en avance, quelques minutes suffisent).

Branchement du Vortex

L'utilisation du Vortex nécessite l'utilisation de l'électronique du Canberra *via* les cartes 2016 des voies B5 et / ou C2, dont la polarité a été changée (de positive pour le détecteur Canberra à négative pour le Vortex).
Le schéma de câblage est décrit sur la figure ci-dessous. Il est possible donc de régler des ROI en activant le SCA2 (menu ***Display***, ***Enable SCA2***). L'enregistrement des ROI se fait dans le menu ***ROI***, ***Prog total count limits***.

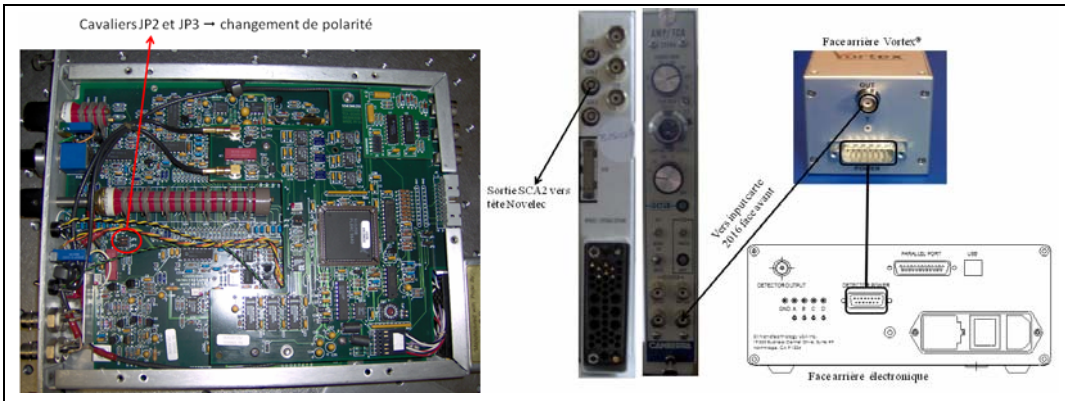

Cavaliers JP2 et JP3 → changement de polarité
Face arrière Vortex®
Sortie SCA2 Vers tête Novelec
Vers input carte 2016 face avant
Face arrière électronique

Figure 75 Intérieur, faces avant et arrière de la carte 2016, face arrière du Vortex

Détecteur solide NaI (photo-multiplicateur, "PM")

Généralités

Le principe d'un "PM" est schématiquement le suivant. Les photons dont l'on souhaite mesurer le flux sont en premier lieu collectés par un scintillateur (NaI dans notre cas). Le scintillateur est couplé à un photo-détecteur qui converti les photons émis par le scintillateur en électrons, après avoir amplifié le signal (d'où le nom de photo-multiplicateur).

Figure 76. Photo-multiplicateurs et électronique associée (Cyberstar X2000)

Branchement du photomultiplicateur

Les faces avant et arrière de l'électronique du photomultiplicateur sont présentées sur la figure ci-dessous. Un point important à vérifier est que la sortie de l'électronique connectée à la VCT6 délivre un signal NIM. Pour cela, il y a différents cavaliers sur la carte correspondant aux différentes sorties (SIGNAL OUT, DICRI OUT, UPPER LEVEL et LOWER LEVEL) :

- SW102 → Saturation output (sortie SIGNAL OUT)
- SW105 → upper level single channel analyser output (sortie UPPER LEVEL)
- SW106 → lower level single channel analyser output (sortie LOWER LEVEL)
- SW107 → Discrimination level single channel analyser output (sortie DISCI OUT).

Par défaut, tous les cavaliers sont sur la position haute, ce qui permet de délivrer un signal TTL; il faut donc changer la position du cavalier de la sortie choisie pour les mettre en position basse et donc permet de délivrer un signal NIM.

Les sorties DICRI OUT, UPPER LEVEL et LOWER LEVEL sont configurées pour délivrer un signal NIM ; la sortie SIGNAL OUT permet de délivrer un signal TTL. Le câble qui permet d'obtenir le signal du PM relié à la VCT6 est connecté sur la sortie DISCRI OUT.

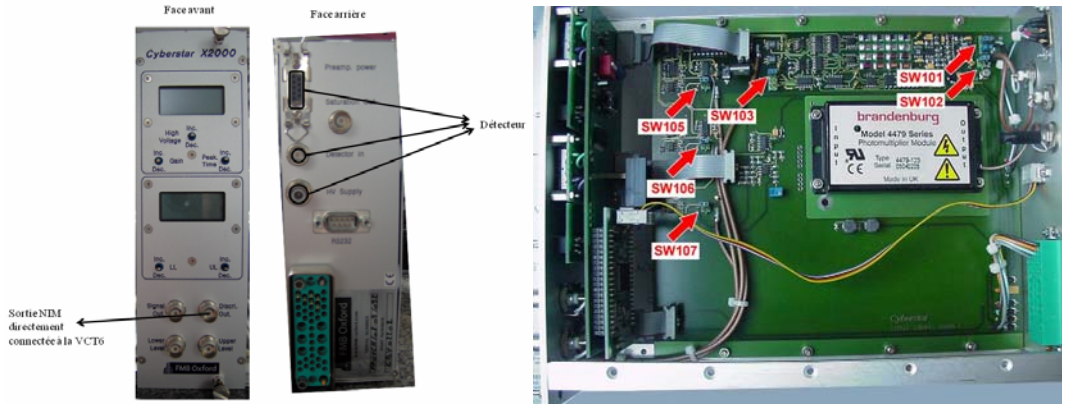


Figure 77 Face avant, arrière et interne du module Cyberstar X2000

Importance de l'absorption de l'air

Importance de l'absorption de l'air

Cela peut paraître trivial, mais il faut toujours garder à l'esprit que l'absorption des X-durs par l'air est loin d'être négligeable, particulièrement à basse énergie. De plus, ce n'est pas seulement la diminution du flux sur l'échantillon qui est importante, mais également la diminution du flux de photons de fluorescence sur le détecteur.
Il faut donc toujours limiter au maximum le trajet des X dans l'air, en rapprochant au maximum les fenêtres en Be de l'échantillon et, si possible, le détecteur Canberra.

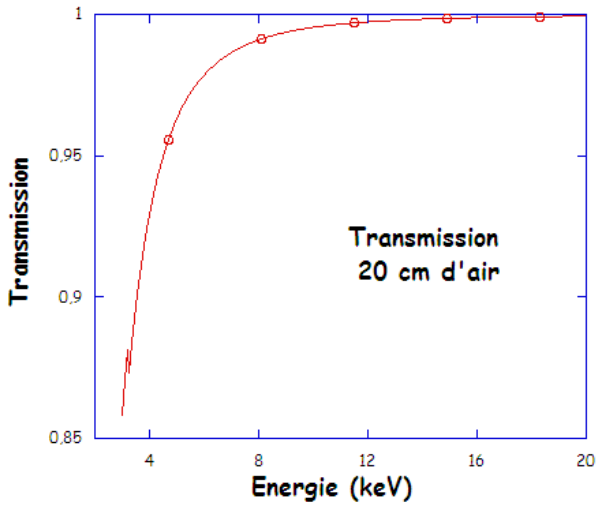


Figure 78. Transmission de 20cm d'air en fonction de l'énergie des photons (ces calculs se font assez simplement grâce à de multiples logiciels.[6]

Echantillon sous vide

Pour les cas extrêmes, il est possible de mettre l'échantillon directement sous vide, en liaison directe avec le vide des diodes et des fentes. Ce dispositif permet d'une part de limiter les trajets des faisceaux fluorescés sous air, mais de plus d'enlever une fenêtre de Be du trajet.

Ce dispositif a toutefois 1 ou 2 inconvénients. D'une part, l'échantillon étant connecté via des

[6] Sur internet: http://henke.lbl.gov/optical_constants/)

soufflets aux diodes, il n'est plus possible de déplacer l'échantillon sur de grands débattements (maximum ±5 mm en translation, pas de rotation). D'autre part, dans la configuration de la photographie, le vide côté détecteur est assuré par une fenêtre kapton de grande dimension : en fonction des conditions, il se peut que les diodes voient directement la lumière visible. Pour y remédier, soit la fenêtre est protégé par une feuille de papier aluminium (englobant à la fois la boîte échantillon et le nez du détecteur), soit le détecteur est directement connecté sous vide (dans ce dernier cas l'ensemble du système est complètement figé, il ne faut absolument pas déplacer soit le détecteur, soit l'échantillon, même simultanément, les vitesses des déplacements étant différentes. Par sécurité, il faut alors mettre tous les moteurs en position « manuelle » sur la carte DPAP).

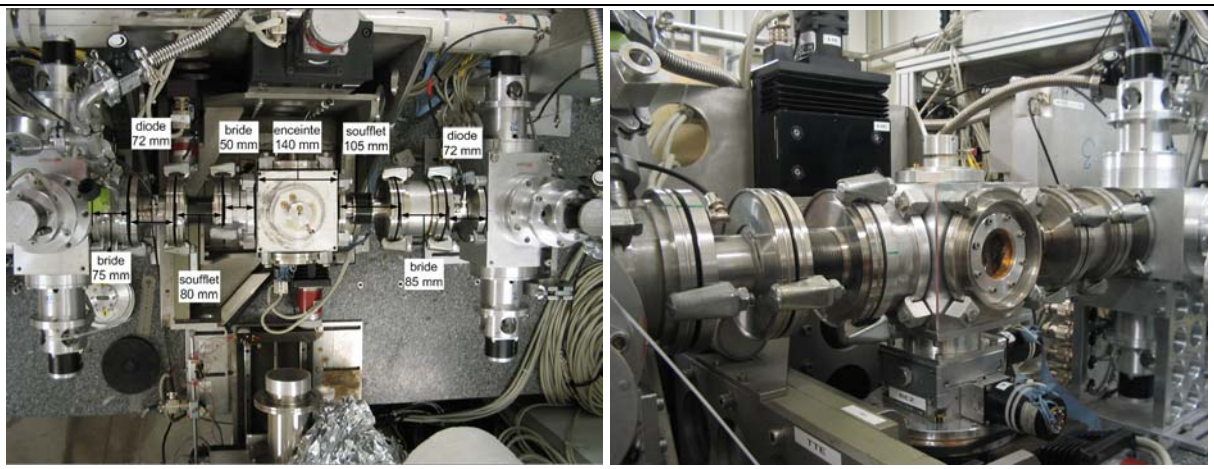


Figure 79. Montage pour échantillon sous vide

VIII. Notices

Applications graphiques

Deux applications sont installées sur l'ordinateur pour pouvoir lire les courbes (spectres, scans de l'échantillon...), `newplot` et `xmgr`. C'est ce dernier que nous utilisons le plus et dont nous détaillons le fonctionnement, mais si vous préférez le premier, pas de soucis!

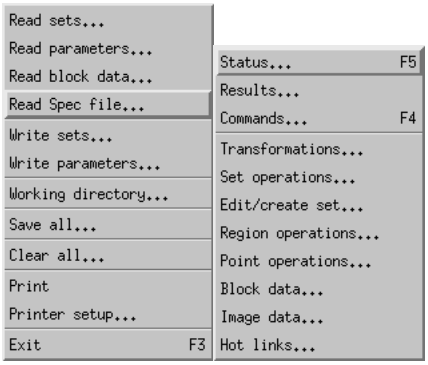
Lancement de l'application

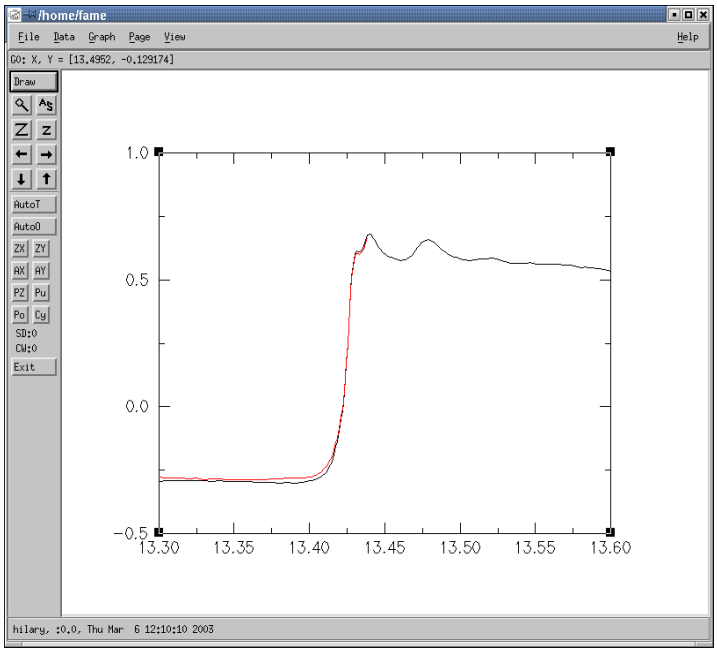
Dans une fenêtre X, taper :

```
xmgr &
```

Le « & » permet de fermer cette fenêtre X une fois l'application lancée.
Une grande fenêtre s'affiche en premier lieu, vierge initialement.

Menus File et Data:





1) Menu File

Dans ce menu, 4 rubriques fréquemment utilisées :

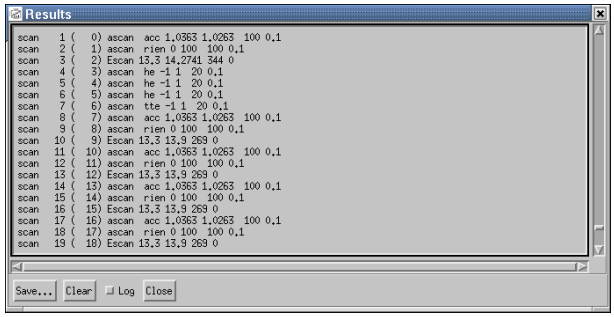
Read Spec File... : indispensable pour commencer à jouer avec xmgr, c'est ici que l'on peut lire les fichiers spec :

`data/exafs.05Mar03` ou `data/exafs.05Mar03.canb` par exemple.

Read block data... : pour pouvoir lire de simples fichiers :

`EXAFS/BRDTnn.DAT` par exemple.

Clear all et *Print* : no comment

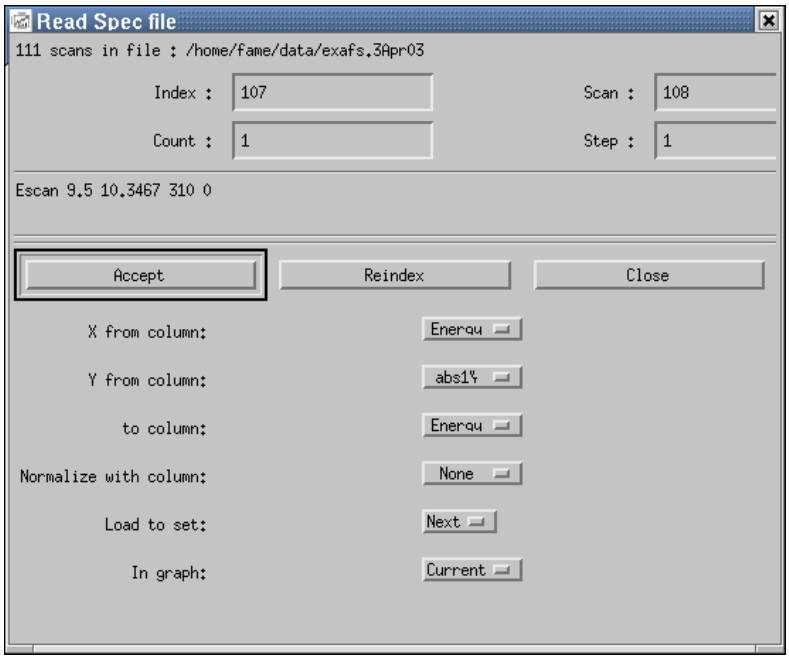


2 fenêtres se sont ouvertes une fois le fichier SPEC lu, *Read Spec file* et *Results*.

2) Results

Cette fenêtre liste tous les scans contenus dans le fichier SPEC ouvert. En général, elle n'est pas utilisée mais il faut la garder à l'écran : la réduire au maximum (double-clic sur la barre de titre) et la mettre dans un coin.

3) Read Spec file



Scan : chaque scan est caractérisé par un numéro (ici, n°108) et un Index (Index = n°(Scan) - 1, l'index du scan 108 est 107). Si l'on veut tracer des courbes à partir du #132, il faut taper :

Scan : 132 **« Return »**

Reindex : pour forcer la relecture du fichier Spec (ici, le fichier /home/fame/data/exafs.05Mar03), il faut :

Index : -1
Reindex **« Clic »**

X from column : choix de l'abscisse

Y from column : choix de l'ordonnée

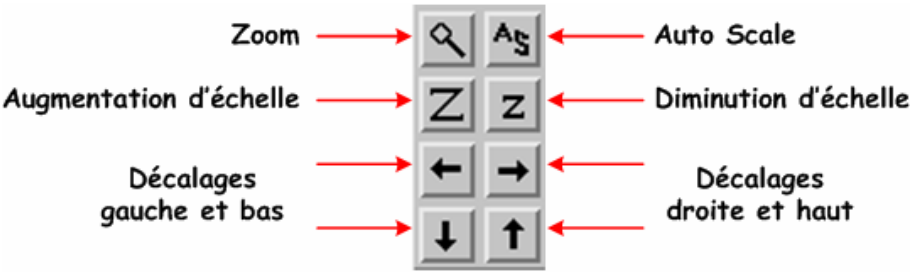
to column : pour tracer plusieurs courbes à partir du même scan

Normalize with column : permet de renormaliser la colonne Y par une autre colonne (par exemple, si l'on veut tracer l'évolution du *Monitor* I_0, il faut normaliser par le temps de comptage *Seconds* pour pouvoir réellement se rendre compte de l'évolution).

Load to set : Permet de superposer différentes courbes sur le même graphique, en choisissant un numéro de « set » différent pour chaque courbe. Attention, par défaut, le set est automatiquement itéré (*load to set : next*) donc si le même graphique est rechargé plusieurs fois (ce que l'on fait lorsque l'on suit l'évolution d'une courbe en cours d'acquisition par exemple) la même courbe sera présente pour plusieurs sets, jusqu'à saturation.

Opérations simples sur les courbes

1) Outils dans la barre de gauche

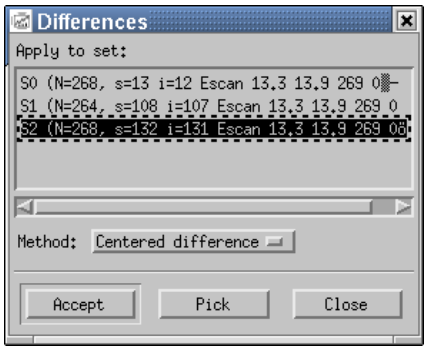


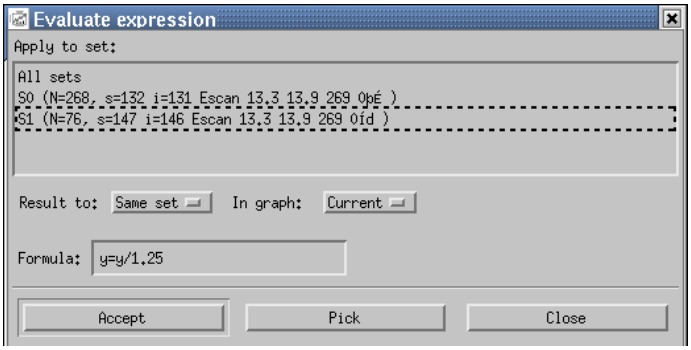
2) Couleurs / symboles

Un double-clic sur le graphique permet d'ouvrir une fenêtre autorisant des modifications des tracés des courbes.

3) Opérations sur les courbes

Dérivée : Menu Data / Transformations / Differences
Opérations : Menu Data / Transformations / Evaluate Expression





Exemples d'opérations en « langage xmgr » :
set S0 sélectionné, Result to Same set : a=y
la courbe S0 est copiée dans la mémoire "a"
set S1 sélectionné, Result to New set y=y/a+1
la courbe S1 est normalisée par la courbe SO et décalée d'une unité

4) Menu Graph

Ce menu regroupe les différentes opérations de mise en page des courbes, lorsque l'on veut soigner la présentation
World scaling : choix des axes

5) Problèmes récurrents

L'impression ne marche pas: il faut que dans le "Printer setup", la case "generate eps" soit cochée.

Le spectre tracé ne correspond pas à ce que l'on pense... parce que l'on a oublié de faire "Return" pour valider.

Aide technique en ligne

Dans la session exafs

1) Macros « paramétrables »

Lorsque l'on ne tape pas correctement ou complètement une commande, SPEC indique de quelle manière on doit le faire.
Ex.

```
4705.EXAFS> mcce
usage : mcce [setup/io/i1/i2/off] [on/off/range/leakage/filter] [value]
```

2) Help local

Pour avoir le détail des macros SPEC :

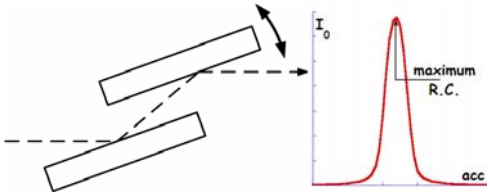
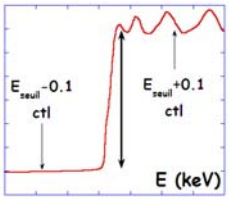
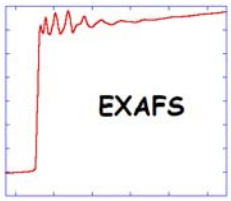
```
4702.EXAFS> help local
The following macro sets are available on your beamline
ace                     lin2th                  psearch
adc                     lineup                  pseudo
atte                    lock                    pseudoE
bac24                   machinfo                putconf
balzer                  madc                    qexafs
[…]
isg                     pm600orig               waveguide
isgdevice               pm600V0                 wika
joy                     pmb                     xrii
k2001                   prema                   xscans
kscan                   ps                      zapdiag
Enter the macro name you would like to get help on
```

Dans le site web de la ligne

Cf. les rubrique Vacuum et Control Command du site pour retrouver des infos sur l'organisation des baies…

http://www.esrf.fr/exp_facilities/BM30B/BM30Bb-en.html

Mémo : les principales commandes

Réglage du parallélisme entre les cristaux		**automatique:** **regul sous spec**
Estimation du saut de seuil		**do nbc**
Paramètres de l'expérience, choix du nom des fichiers, choix des détecteurs…		**m**
Paramètres de scan		**scan**
Lancement d'un spectre exafs		**exafs** **do spectre**
Changement d'énergie (E_{final} en keV)		`moveE` E_{final}
Obtention de l'énergie (en keV)		`getE`
Ouverture / Fermeture du shutter 2 (ou 1)		`shop 2 / shcl 2`
Déplacement relatif d'un moteur		`mvr moteur x`
Déplacement absolu d'un moteur		`mv moteur x`
Arrêt d'un scan (à éviter pendant un QEXAFS)		CTRL C
Pour redémarrer un scan arrêté		`resume`
Pour sauver un scan séparément (après un resume)		`save_scan`
Nombre de coups sur tous les détecteurs		`ctl`

Entête d'un fichier

Informations contenues dans l'entête d'un fichier (FILEnn.dat), spectre EXAFS.

```
#S 143  Escan 13.25 14.3231 376 0
#D Thu Feb 20 10:26:34 2003
#T 0  (Seconds)
#G0 0
#G1 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0
#G2 0
#Q
#P0 27.467 2.90015 3.10015 3.64995 2.84995 20 20 35.5588
#P1 -28.5587 -19.5561 14.8061 43.8504 6.0003 -0.1 6.4999 40
#P2 0.4 0 7 32.0588 -0.000614799 -2.54518 6.36309 0.428724
#P3 0.162977 0.29585 7.3 91.7302 17.5 17.5 35 -1.77636e-15
#P4 2.1 6.5 0 57.9992 100.023 6.5 0 332.771
#P5 3 -2.04976 3 1.34992 3 -0.9 3 0.899839
#P6 -0.4875 -0.4875 -0.4875 -1.66849e-16 -1.79713 -0.5535 0 0
#P7 0 10 525.504 -7.18 10 468.89 -1.454 -0.452
#P8 3376.05 -3520.04 3677.1 100 2 400 1.14286e-06 -3.04286e-07
#C  62.5289 mA
#C
#C _ESTART _ESTOP _c10 _c11 _c20 _c21 _c30 _c31 _c40 _c41 _SLEEP_FOC DSAMPLE
#C 12.5 13 0.48393 0.50046 0.552852 0.571818 0.9705 0.96274 -7.11555 -6.71593 0 50.065
#C [fixed ouput: no] [sagittal focusing: yes] [move EXAFS table: no] [gap offset=0] [move tilt: no]
#C             1          2          s          3          k          4
#C E(kev)   13.2500    13.4350    13.4740    13.4924    13.4924    14.3231
#C k(A-1)       -          -          0        2.2082     2.2082    15.0000
#C Nbr pts                38                    82          0        256
#O 1007620 1008161 1000752 Monitor I1 I2
#C abs1=log(Monitor/I1)
#C abs2=log(I1/I2)
#C abs2=log(I1/I2)
```

nature du spectre (ici, scan en énergie, spectre EXAFS)

date de la mesure

intensité du courant dans l'anneau

valeur des offsets sur I_0, I_1 et I_2

définition du compteur abs1

définition du compteur abs2

Lignes P0 à P8 : positions des moteurs au début du spectre selon cette logique, récapitulée au début du fichier SPEC [7]:

```
#P0     bragg   SlitUp1 SlitDown1   SlitUp2 SlitDown2 SlitBack2 SlitFront2   SlitUp3
#P1 SlitDown3  SlitOff7  SlitGap7 HeightMono       vg1       vo1       vg2       hg2
#P2       vo2       ho2       vg3       vo3       tlt       gam       acc        c1
#P3        c2       foc       gap HeightTable SlitBack4 SlitFront4       hg4       ho4
#P4  M1Height   M1Angle    M1Tilt  M1Bender  M2Height   M2Angle    M2Tilt  M2Bender
#P5   HorGap5   HorOff5   VerGap5   VerOff5   HorGap6   HorOff6   VerGap6   VerOff6
#P6 TabTransF TabTransB  TransTab    RotTab        he       tte       be1       be2
#P7        re       ttd       htd       hca       rca      Xech      Zech      Yech
#P8 HautCamera  HautFluo TransTFluo      rien      DtM1      tcel      pres      pcel
```

3 lignes C : récapitulatif des paramètres du monochromateur

4 lignes C : récapitulatif des paramètres de scan

[7] Le descriptif est donné à titre indicatif, puisque l'entête change au fur et à mesure que l'on ajoute des moteurs dans la configuration. Mieux vaut reprendre le descriptif dans le fichier de votre expérience.

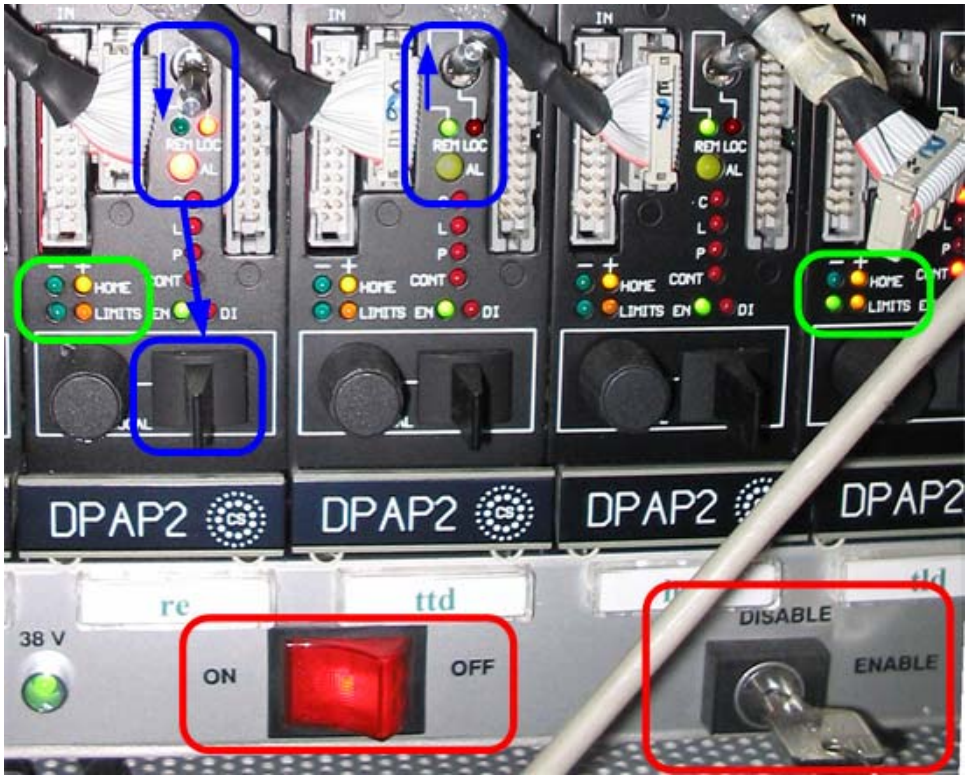
Liste des moteurs

Nom SPEC	Moteur	Position	Valeur typique de déplacement
acc	accord 2nd cristal du mono	we	0.001
be1	1er berceau de l'échantillon	ws	0.01
be2	2nd berceau de l'échantillon	ws	0.01
c1	foc. asymétrique 2nd cristal	we	0.001
c2	foc. asymétrique 2nd cristal	we	0.001
foc	foc. symétrique 2nd cristal	we	0.001
gam	gamma 2nd cristal du mono	we	0.001
gap	gap 2nd cristal du mono	we	0.05 (mm)
hca	hauteur canne du cryostat	wy	A adapter (mm)
he	hauteur de l'échantillon	ws	A adapter (mm)
hg2/hg4...8	gap des fentes horizontales 2, 4 à 8	wl	(mm)
ho2/ho4...8	offset des fentes horizontales 2, 4 à 8	wl	(mm)
ht	hauteur table EXAFS	we	0.1 (mm)
hm	hauteur mono	we	0.1 (mm)
ma1	angle 1er miroir	wq	A adapter (mrad)
ma2	angle 2nd miroir	wq	A adapter (mrad)
mc1	courbure 1er miroir	wq	5
mc2	courbure 2nd miroir	wq	5
mh1	hauteur 1er miroir	wq	0.1 (mm)
mh2	hauteur 2nd miroir	wq	0.1 (mm)
mt1	tilt 1er miroir	wq	0.01 (mrad)
mt2	tilt 2nd miroir	wq	0.01 (mrad)
mono	angle de Bragg	we	(°)
rca	rotation canne du cryostat	wy	A adapter
re	rotation de l'échantillon	ws	A adapter
rt	rotation de la table EXAFS		0.1
sb2/sb4	fentes gauches 2/4	wl	(mm)
sd1/sd2/sd3	fentes inférieures 1/2/3	wl	(mm)
sf2/sf4	fentes droites 2/4	wl	(mm)
su1/su2/su3	fentes supérieures 1/2/3	wl	(mm)
teta1...teta5	angle de Bragg du cristal analyseur 1...5	wcas	
tilt1...tilt5	angle de tilt du cristal analyseur 1...5	wcas	
TLech	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	ws	(mm)
tlt	tilt 2nd cristal du mono	we	0.001
TRech	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	ws	(mm)
tt	translation de la table EXAFS		0.01 (mm)
tt1	translation 1er pied de la table EXAFS		0.01 (mm)
tt2	translation 2nd pied de la table EXAFS		0.01 (mm)
ttd	translation du détecteur	ws	(mm)
tte	translation de l'échantillon	ws	A adapter (mm)
vg1...vg8	gap des fentes verticales 1...8	wl	(mm)
vo1...vo8	offsets des fentes verticales 1...8	wl	(mm)
x1...x5	position longitudinale cristaux analyseurs 1...5	wcas	(mm)
Xech	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	ws	(mm)
Yech	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	ws	(mm)
z1...z5	hauteurs cristaux analyseurs 1...5	wcas	(mm)
Zech	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	ws	(mm)
zeq	hauteur équerre des cristaux analyseurs	wcas	(mm)

Utilisation d'une carte DPAP

Les cartes DPAP permettent de contrôler les différents moteurs. Ces cartes combinent alimentation de puissance et pilotage. Elles sont localisées dans des racks RPAP.

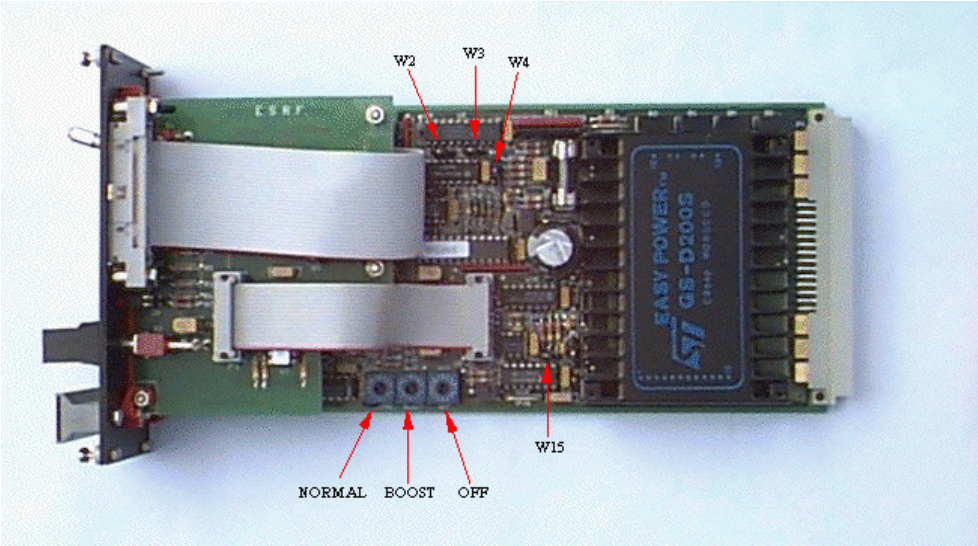
- alimentation électrique des racks : bouton On/Off
- activation / désactivation des cartes DPAP : clef Enable/Disable
- 2 modes de fonctionnement pour les moteurs :
  - en mode local (cas du DPAP de gauche), l'interrupteur est en position basse, les mouvements du moteur se font manuellement à l'aide du bouton du bas
  - en mode « pilotable à distance », le cas le plus fréquent, l'interrupteur est en position haute (cas du 2ème DPAP)
- visualisation de l'état du moteur, en limite ou non (leds verte et orange pour les limites basses et hautes)
- dans certains cas (DPAP de droite), les 2 leds des limites sont allumées. Il y a une discontinuité dans le contrôle des limites, caractéristique dans ce cas précis d'un câble de limites débranché.



Une DPAP permettant à la fois l'alimentation et le pilotage des moteurs, un certain nombre de réglage vont permettre de régler:

- les courants d'alimentation des moteurs, en mode de fonctionnement normal, au début du mouvement pendant l'accélération (boost) et le courant de maintien (off),
- la logique des limites basse (CW), haute (CCW) et de la référence (home),
- la logique de la sécurité (normalement ouvert ou normalement fermé).

La figure ci-dessous représente l'intérieur de la carte avec la position des principaux cavaliers et potentiomètres utiles "au jour le jour", la plupart d'entre eux ne devant pas être touché. Les deux tableaux explicitent les réglages.



Potentiomètres: courants (A)			
Position	**Normal**	**Boost**	**Off**
0	0.430	0.430	0.114
1	0.450	0.450	0.124
2	0.550	0.550	0.135
3	0.600	0.600	0.148
4	0.900	0.900	0.164
5	1.010	1.010	0.184
6	1.080	1.080	0.209
7	1.250	1.250	0.244
8	1.290	1.290	0.273
9	1.520	1.520	0.300
A	1.680	1.680	0.333
B	2.000	2.000	0.374
C	2.190	2.190	0.684
D	2.420	2.420	0.883
E	2.500	2.500	1.247
F	unused	unused	unused

Cavaliers (soulignés: fixes)	
Nom	**Fonction**
W1	Vers le bas (CC133)
W2	Changnt de polarité (CW)
W3	Changnt de polarité (CCW)
W4	Continuité du cablage (normalement ouvert /fermé)
W5/W6	Vers le haut (CC133)
W7	Changnt de polarité (home)
W8	Vers le bas
W9	On (watchdog extension)
W10	Off (On pour liaison RS422)
W12	Réglage pour le mode **normal**
W13	Réglage pour le mode **boost**
W14	Réglage pour le mode **off**
W15 (W11 selon modèle)	Changnt de direction du mouvement

Exemple de réglage: quand le moteur se déplace dans une direction et que l'on s'éloigne de la limite qui permettrait d'arrêter le mouvement, il faut:

- changer le cavalier W15 de position,
- changer le signe du user*dial dans la configuration des moteurs sous SPEC (pour que le sens du mouvement soit toujours le même en apparence).

Alignement d'un échantillon

L'alignement de l'échantillon sur le faisceau peut être fait de manière simple, ce quel que soit le mode de détection utilisé, après l'avoir « grossièrement » aligné (au laser, à l'aide de la caméra, à l'œil…).

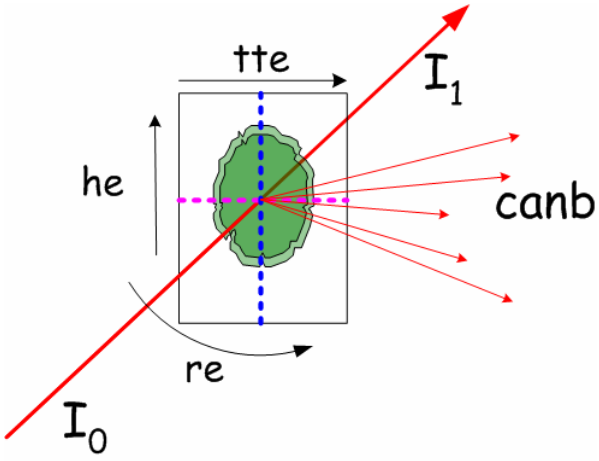
`he` : hauteur (sens + vers le haut)

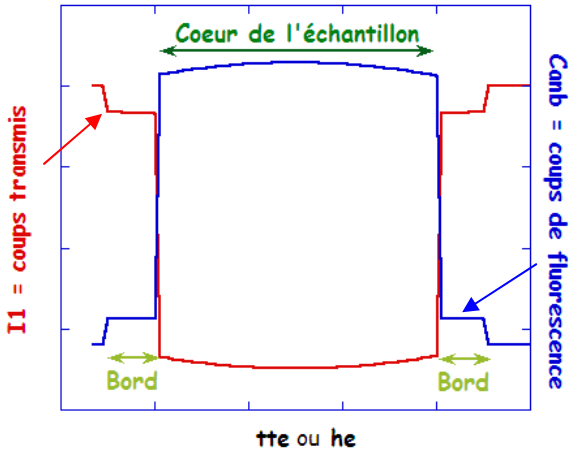
`tte` : translation (sens - vers le détecteur)

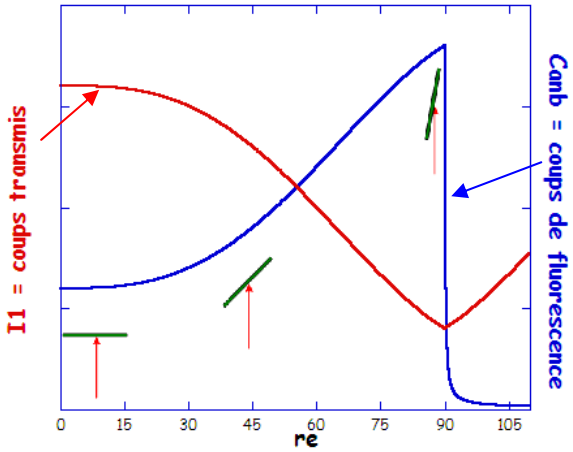
`re` : rotation (sens + sens trigo)

`mvr moteur déplacement` : mouvement relatif

`mv moteur valeur` : mouvement absolu







La macro `nbc` permet d'estimer le saut de seuil (100 eV avant et 100 eV après l'energie de seuil indiquée dans les paramètres de scan)

ou

`moveE` $E_{\text{après-seuil}}$ pour avoir un maximum de contraste

`plotselect I1` **ou** `canb` en fonction du mode de détection utilisé

`dscan he -5 5 25 1` (resp. tte ou re)

`mv he` valeur (resp. tte ou re)

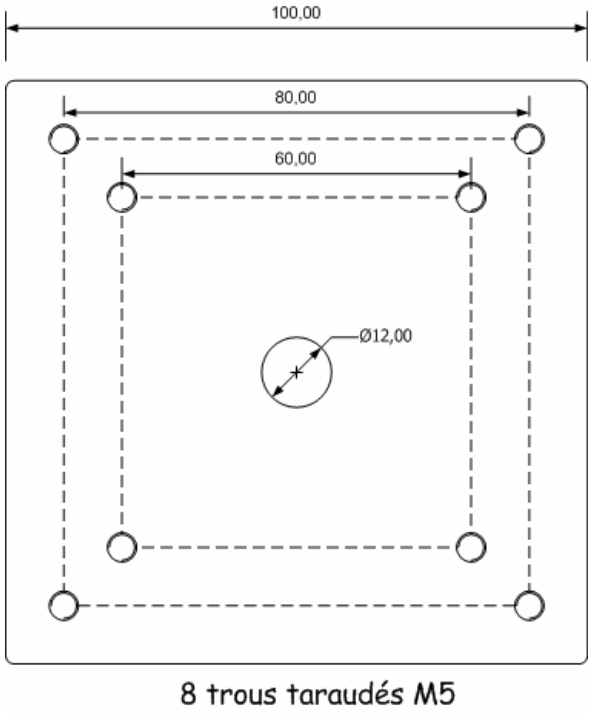
La position « idéale » de l'échantillon est estimée en traçant les courbes signal(déplacement) à l'aide de xmgr par exemple. Quelques valeurs calculées par spec peuvent être utilisé :

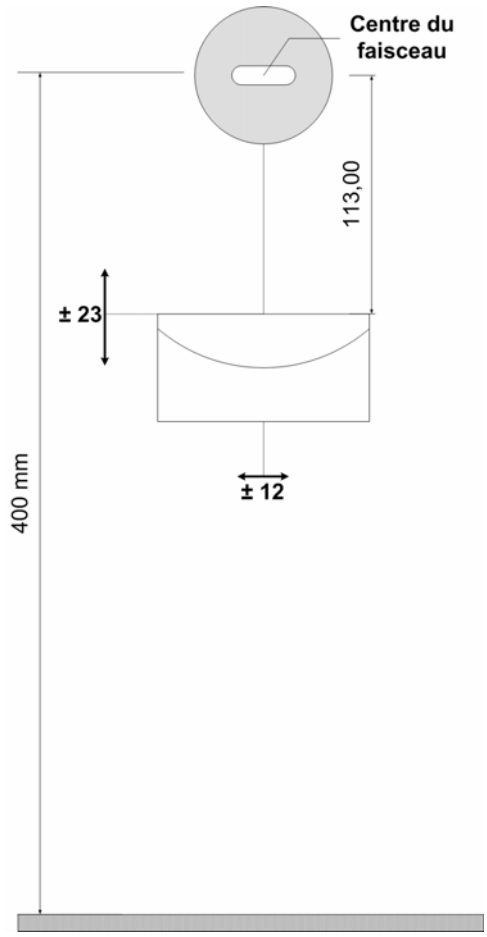
`CEN` (centre du pic, estimé à partir de sa mi-hauteur)

`pl_xMAX` (maximum du pic)

Fixation et taille d'échantillon

Le porte-échantillon peut-être fixé sur la tête goniométrique en utilisant les trous taraudés schématisés ci-dessous. De même, les débattements autorisés sont schématisés dans l'autre figure.



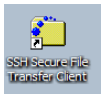


Le trou central de la tête goniométrique a une profondeur de 12mm. Il peut être utilisé pour des montages simples à l'ambiante.

Rapatrier des fichiers sur un ordinateur sous Windows

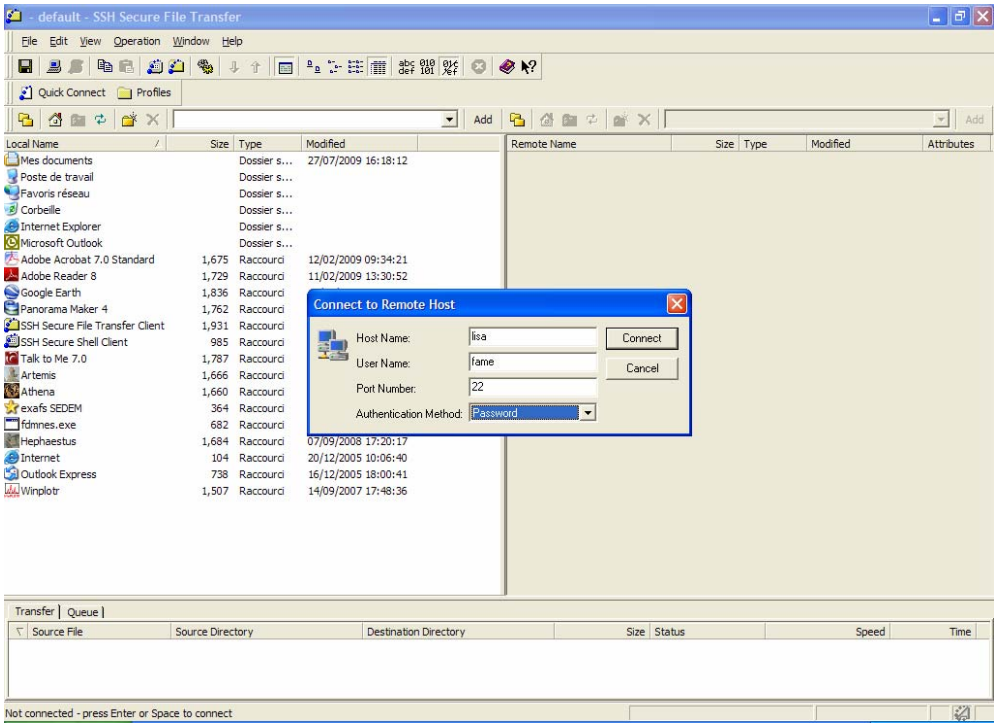
Pour pouvoir rapatrier les fichiers d'expériences depuis l'ordinateur de pilotage de la ligne (Lisa) sur l'ordinateur d'analyse (ou un autre sous Windows), nous utilisons l'application "SSH Secure File Transfer Client".

1) Si l'ordinateur est sur l'intranet de l'ESRF, vous pouvez installer le programme depuis la page intranet du service Computing:



http://www.esrf.fr/Infrastructure/Computing/Networks/InternetAndTheFirewall/UsersManual/SSH

2) Cliquez sur l'icone puis sur Quick connect



3) Nom de l'ordinateur de pilotage: Lisa, Login "fame"

Pilotage d'un Eurotherm

Configuration

Pour piloter un Eurotherm, le brancher directement sur Lisa *via* une liaison série.
1) Dans le "setup", déclarer un moteur pour chaque Eurotherm à piloter :

```
Number: <>Controller        80:     NONE  81:     NONE  82:     NONE
Unit/[Module/]Channel                0/0          0/0          0/0
Name                                DtM1        tcel1        llth1
Mnemonic                            DtM1        tcel1        llth1
Steps per degree/mm                 2000         2000         2000
Sign of user * dial                    1            1            1
```

2) Déclarer autant de compteur que d'Eurotherm à lire.

⚠ *Le nom du compteur doit être différent du nom du moteur*

```
Scaler (Counter) Configuration

Number        Name  Mnemonic  <>Device  Unit  Chan   <>Use As  Scale Factor
     0     Seconds       sec      VCT6     0     1   timebase         1e+06
[…]
    10      tcell1    tcell1      NONE     1     4    counter             1
    11      tcell2    tcell2      NONE     1     5    counter             1
```

3) Définir la liaison série sur laquelle l'Eurotherm est branché

`Interface Configuration` (CONTROL B pour avoir les pages supplémentaires)

```
[…]
 SERIAL +4     DEVICE <>TYPE  <>BAUD                                  <>MODE
 6  YES    /dev/ttyS0     <>    9600                                raw evenp
 7  YES    /dev/ttyS1     <>    9600                                raw evenp
 8   NO
/dev/ttyS0: COM1, /dev/ttyS1: COM2
```

4) Dans la session EXAFS, taper "`euro setup`" pour activer (ou non) les eurotherm (status : on).

```
Eurothem setup use space bar to change selection
_____________________________________________
      NAME Status   TYPE  Eur Add SPEC Add  Wait  Counter  Command    Motor
1       HP    off 9050/2        2         6     0   tcell2      2PV     none
2      HP2     on 9050/1        2         6   0.2   tcell1      1PV    tcel1
3      HP3     on   9020        3         7   0.2   tcell3       PV    tcel3
    Action :
      Add   Modify   Delete   State   Read settings   Write settings   Quit
```

Pilotage

Pour changer la valeur « pilotable », il faut bouger le moteur correspondant :

```
mv tcel1 valeur
```

⚠ *Lorsque l'on pilote une température, il faut s'assurer que le l'alimentation du four n'est pas limitée*

Procédure d'ouverture/fermeture du monochromateur

Ouverture

Fermeture des vannes E3 / Mono et Mono / E4

Imprimer les positions des moteurs du mono (we). Pour toute intervention sur le câblage du mono, sur les tuyaux de LN_2 (risque de toucher les câbles), il faut bien penser à éteindre les 2 racks des moteurs (acc, c1, c2, gam et tilt pour le 1er rack, gap pour le 2nd)

Couper la tension du **piezo** (coffret d'alimentation et détection synchrone)

Eteindre l'alimentation de chauffage du 1er cristal.

Réchauffage :

- coupure du coffret de remplissage du séparateur de φ
- vannes LNR_{2R} ouverte au maximum
- coupure du réchauffeur du séparateur de φ
- mise en place de la circulation azote gazeux
- attendre que la T° du 1er cristal soit remontée (~4-5 h)

Vérifier que l'angle du mono est inférieur à **10°** (risque de collision)

Mise en place des équerres de soutien de la porte

Arrêter le pompage :

- pompe primaire, interrupteur sur le côté de la baie vide
- pompes turbo, interrupteurs derrière les coffrets
- pompe ionique, coffret Varian en bas de la baie

Desserrage 1) des vis des patins sur les rails et 2) des écrous de la cuve

Casser le vide à l'azote (vanne de séparation avec la pompe turbo ouverte)

Fermeture

Bien vérifier que tous les moteurs fonctionnent correctement (déplacement et valeur des jauges) ainsi que les thermocouples

Fermeture de la cuve : attention à ne pas pincer un câble (surtout au niveau des thermocouples)

Pompage : le vide dans l'enceinte doit être de l'ordre de 10^{0}mbar lorsque la turbo de l'axe a pris ses tours (1500 Hz), 10^{-4}mbar pour la turbo de la cuve (833 Hz). Relancer le pompage ionique lorsque le vide est de l'ordre de 10^{-6}mbar

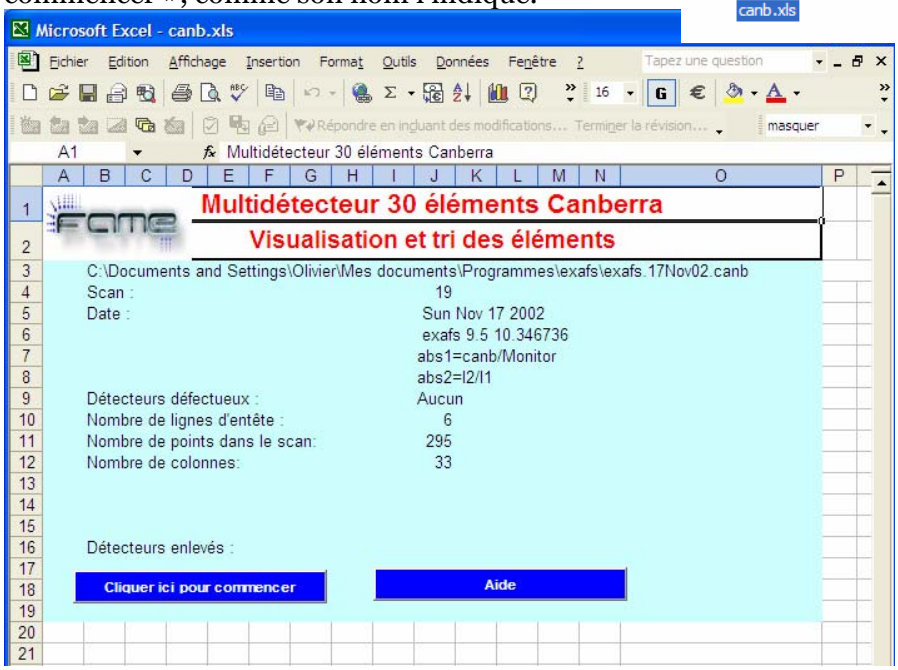
Mise en froid : rebrancher le réchauffeur et le coffret de remplissage du séparateur de φ, une fois que le vide est suffisamment bon (au minimum 10^{-5} mbar, l'idéal étant 10^{-6} mbar, après 12 h de pompage)

Macro Excel pour corriger les spectres de fluorescence

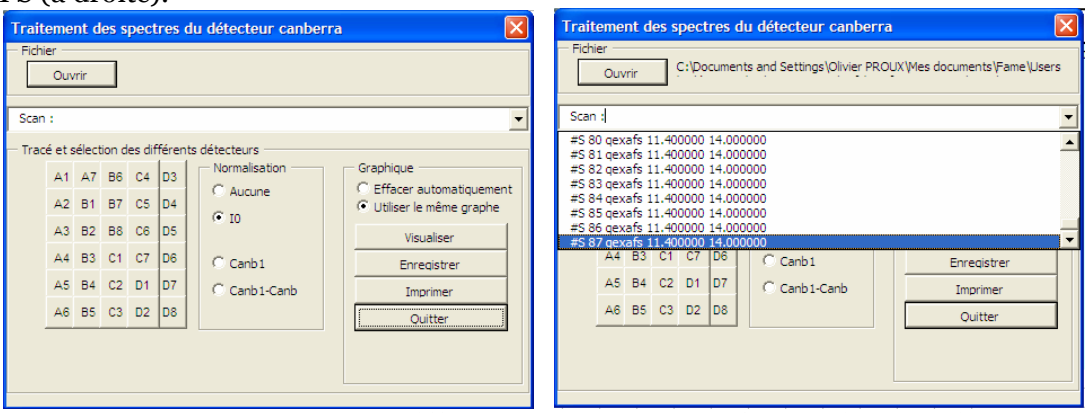
Une macro permettant de lire les spectres de fluorescence afin de les corriger (élément défaillant, pics de Bragg…) est disponible. Cette macro lit les fichiers « .canb » générés lors de l'acquisition de spectres.

La macro, **canb.xls**, est liée à un fichier exécutable, **Dll_fichier.dll**. Ces deux fichiers doivent être positionnés dans le même dossier que le fichier de fluorescence que l'on veut corriger, ici **exafs.04Oct03.canb**.

Cliquer sur canb.xls, puis sur « Cliquer ici pour commencer », comme son nom l'indique.



La fenêtre de dialogue « Traitement des spectres du détecteur Canberra » s'ouvre (à gauche). Cliquer sur « ouvrir » pour aller chercher le fichier « .canb » à corriger. Une fois cela fait, le menu déroulant « Scan : » permet de choisir les différents parmi les différents spectres EXAFS (à droite).



Le fichier sélectionné est ouvert, et différentes pages peuvent être choisies (en bas de la page) pour être visualisées.

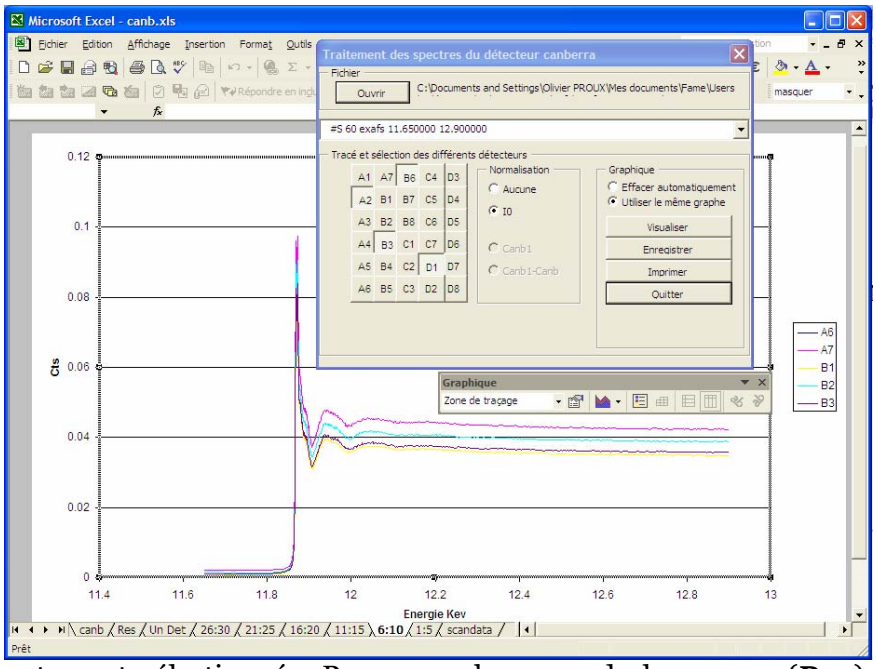
canb: page principale

Res : spectre total

Un Det : 1 élément

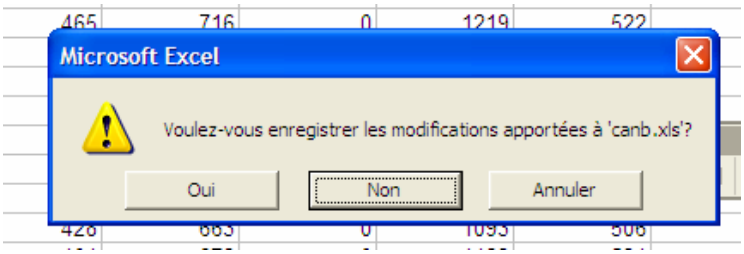
26:30, 21:15… : spectres par série de 5 éléments

scandata : données



Par défaut, tous les éléments sont sélectionnés. Pour en enlever un de la somme (**Res**), cliquer sur le bouton correspondant. Ici, les éléments A2, B3, B6 et D1 ont été enlevés. Cliquer sur « **Visualiser** » pour pouvoir actualiser la somme puis sur « **Enregistrer** » pour sauvegarder.

Lorsque tout est fini, fermer la fenêtre Excel, sans enregistrer.



La macro de fonctionne que sous Windows… désolé!

Fonctionnement du cryostat orange type ILL

Accessoires

A installer	Toujours en place
Cryostat hélium liquide	Boîtier de mesure de température
Canne porte-échantillon	Boîtier de mesure du niveau d'Hélium
Canne de transfert d'hélium	Câble de connection cryostat
Vase 100l hélium liquide	Câble de connection canne
Groupe de pompage turbo pour l'enceinte d'isolement (vanne V1)	Tuyau inox souple ("tombac") pour récupération hélium gazeux
Décapeur thermique	Système de remplissage azote liquide
	Pompe primaire avec tuyau caoutchouc

Description des éléments

1) Cryostat

V1 : Mise sous vide

V2 : Vanne d'échappement d'hélium gazeux

V3 : Pompage queue du puit échantillon

V4 : Vanne froide

V5 : Gaz d'échange

V6 : Vanne chaude

V8 : Régulateur de pression

9 : Echangeur

10 : Puit échantillon

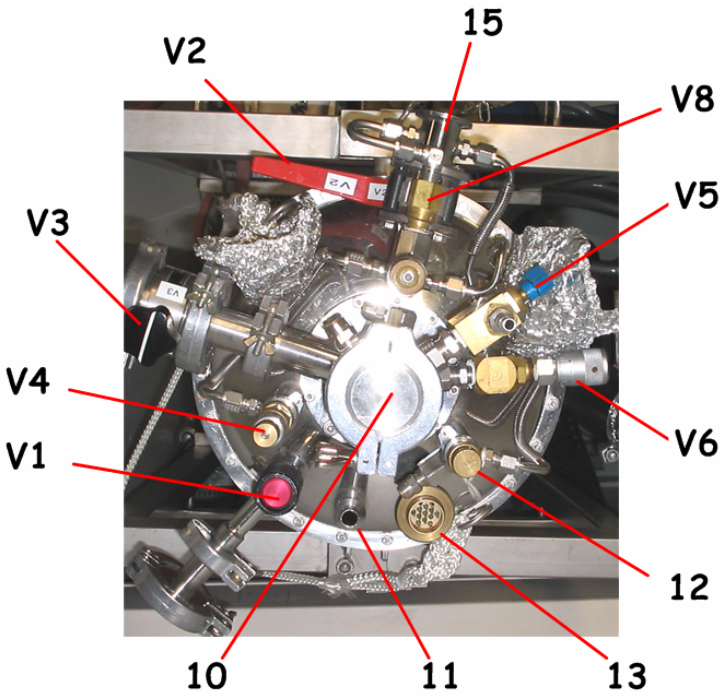
11 : Remplissage azote liquide

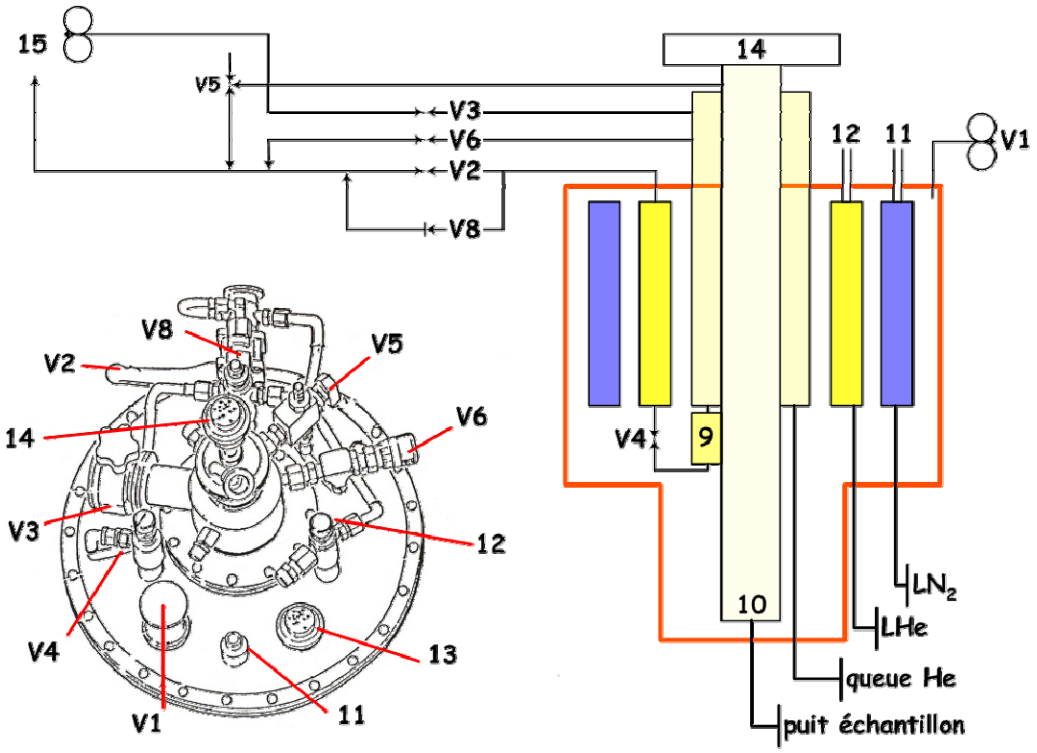
12 : Remplissage hélium liquide

13 : Prise régulation

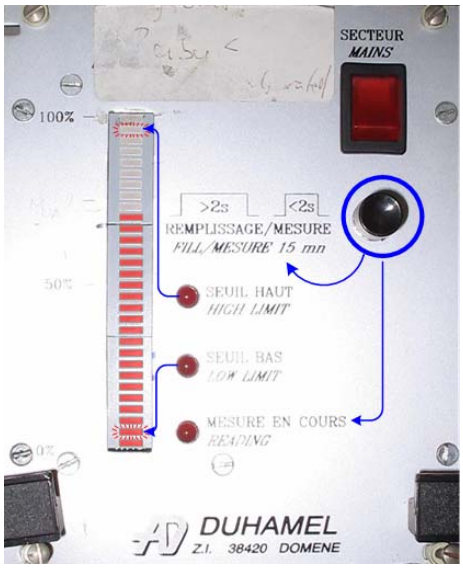
14 : Prise échantillon

15 : Récupération d'hélium





2) Niveau d'hélium



Ce boîtier permet de visualiser le taux de remplissage d'hélium liquide du cryostat.
En fonctionnement, la mesure n'est pas effectuée en continu pour éviter de chauffer inutilement le bain.
En cours de remplissage, il faut par contre vérifier en permanence que la limite haute n'est pas atteinte : pour mesurer en continu le niveau, il faut appuyer quelques secondes sur le bouton noir, jusqu'à ce que le voyant rouge « mesure en cours » s'allume.

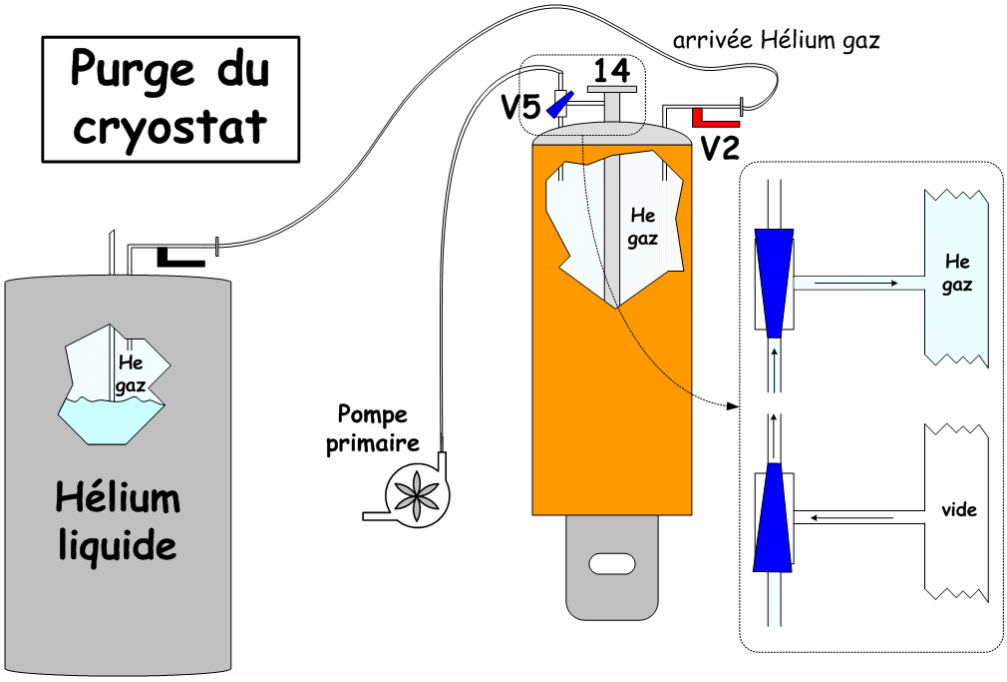
3) Contrôle de la température

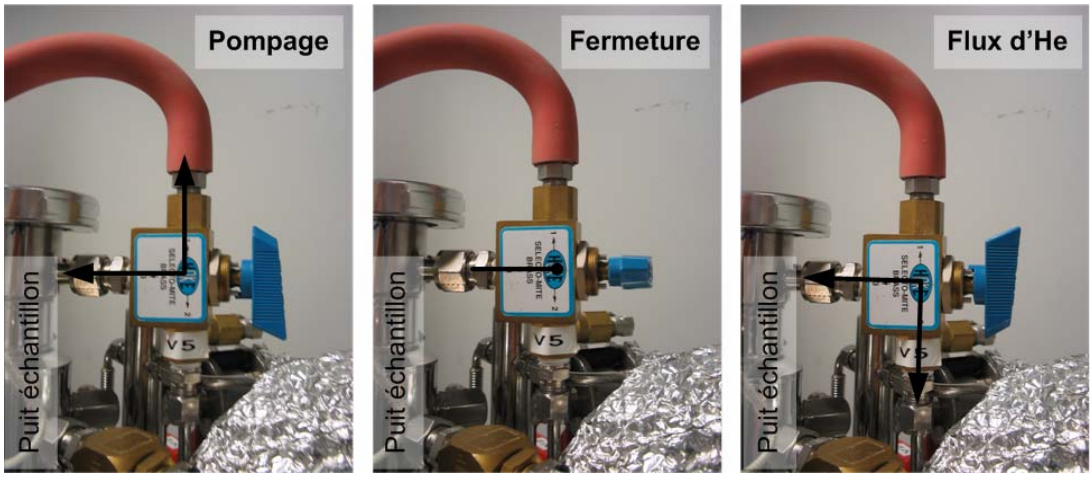
Le contrôleur de température permet de visualiser les températures de l'échangeur (le cryostat) et de l'échantillon (la partie cuivre du porte-échantillon). Il est localisé dans la baie de droite, en haut. De plus, ce contrôleur permet de réguler, de chauffer, à une température de consigne prédéfinie (bouton "set point"). Pour chauffer:

- appuyer sur "heater range" (bouton du haut dans le cadre bleu)
- choisir la puissance de chauffe avec les flèches haut et bas (cadre rouge) et sélectionner (Enter dans le cadre rouge). 2 ou 20W suffisent.
- pour arrêter, appuyer sur le bouton "Heater off"

Mise en œuvre

1) Pompage de l'enceinte d'isolement du cryostat (vanne **V1**) au minimum 72h avant le début de l'expérience, à l'aide d'un groupe turbo (~ $10P^{-5P}$ mbar).
2) Connecter la pompe primaire sur la vanne trois voies (**V5**), l'échappement gazeux du vase d'hélium liquide sur la vanne **V2**. Purger/pomper l'ensemble en basculant **V5** (haut/bas/haut…).
3) Remplir l'azote liquide (à faire toutes les 24 heures) (**11**).
4) Brancher le régulateur de température (**13**) et la jauge de niveau d'hélium.
5) Connecter le tombac de récupération d'hélium gazeux (**15**)
6) Faire le plein d'hélium (voir ci-après)
7) Brancher le système de ventilation (azote gazeux) des fenêtres kapton, pour limiter la condensation externe



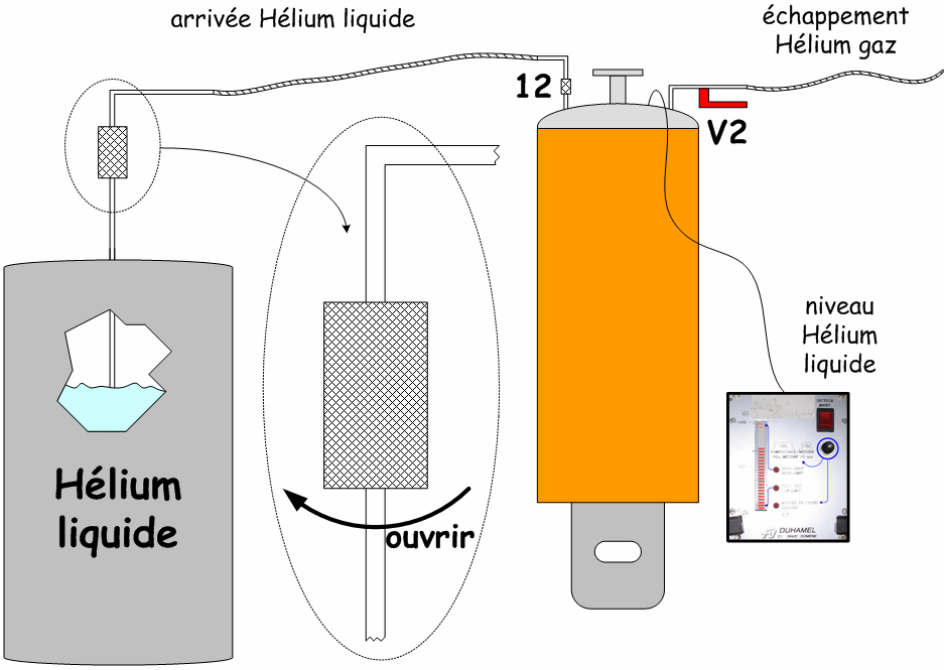


Vanne 5 à 3 voies: pompage du puit échantillon (à gauche), isolation (au centre) et introduction d'hélium gazeux dans le puit échantillon (à droite)

Le plein d'hélium

1) Ouvrir la vanne rouge de récupération d'hélium (**V2**)

2) Mesure en « lecture permanente » (appuyer 3-4 sec. sur le bouton noir)
3) "Ouvrir" la canne et l'introduire la partie longue dans la bouteille d'hélium liquide
4) le gaz s'échappe légèrement, descendre la canne petit à petit dans la bouteille: dès que l'on entend que le débit gazeux s'accélère, dévisser le bouchon du presse-étoupe (**12**) et introduire la partie courte de la canne de transfert dans le cryostat. Resserrer le presse-étoupe
5) Le plein terminé, "fermer" la canne et retirer sa partie courte du cryostat (remettre le bouchon et resserrer le presse-étoupe) puis sa partie longue de la bouteille. Attention, il faut être deux, l'un qui retire la canne, AVEC LES GANTS, l'autre qui ferme la vanne de la bouteille, les DEUX AVEC LES LUNETTES.
6) Attendre environ 30 secondes et fermer la vanne rouge (**V2**)
7) Si le vase d'hélium liquide ne monte pas en pression, où si le cryostat ne se remplit pas : le vase est vide…
8) Enlever la canne d'arrivée d'hélium du cryostat et du vase d'hélium liquide



<u>Enlever la canne porte-échantillon</u>

⚠ Pour enlever ou mettre la canne porte-échantillon, mettre une température de consigne de 150K

1) Préparer le bouchon, le palan et mettre la pompe primaire en route.
2) Enlever le collier qui maintient la canne porte-échantillon
3) Inonder le puit d'hélium gaz (**V5** vers le bas) et quand le gaz commence à s'échapper (sifflement), extraire la canne, en faisant bien attention aux écrans thermiques.
4) Remettre le bouchon en le tenant bien appuyé, mettre le collier, refaire le vide en tournant **V5** vers le haut
5) Accrocher la canne au palan
6) Dévisser le porte-échantillon et sécher « soigneusement » la canne
7) Sécher le porte-échantillon et remplacer les échantillons …

Mise en place de la canne porte-échantillon

1) remplir le puit échantillon avec l'hélium gaz du bain (**V5** vers le bas)
2) Enlever le bouchon et introduire la canne porte-échantillon, en faisant particulièrement attention aux écrans thermiques.

⚠ La canne doit être parfaitement sèche avant l'introduction, en faisant particulièrement attention au système coulissant situé juste au dessus du porte-échantillon.

3) Mettre le collier en place, pomper le puit par la vanne 3 voies (**V5** en haut), quelques instants, introduire un peu d'hélium gaz du bain (**V5** en bas très rapidement) avant d'isoler le puit (**V5** horizontale).

Refroidissement

1) Choisir la température de consigne
2) Fermer la vanne **V2** (mise en pression du bain d'hélium)
3) Ouvrir légèrement la vanne **V6** (vanne chaude, ~1 tour), la vanne froide **V4** restant telle que (2 tours)
4) Lorsque la $T°_{consigne}$ est atteinte, fermer **V6** à ~¼ de tour (0.1/0.2 sur la vis micrométrique)

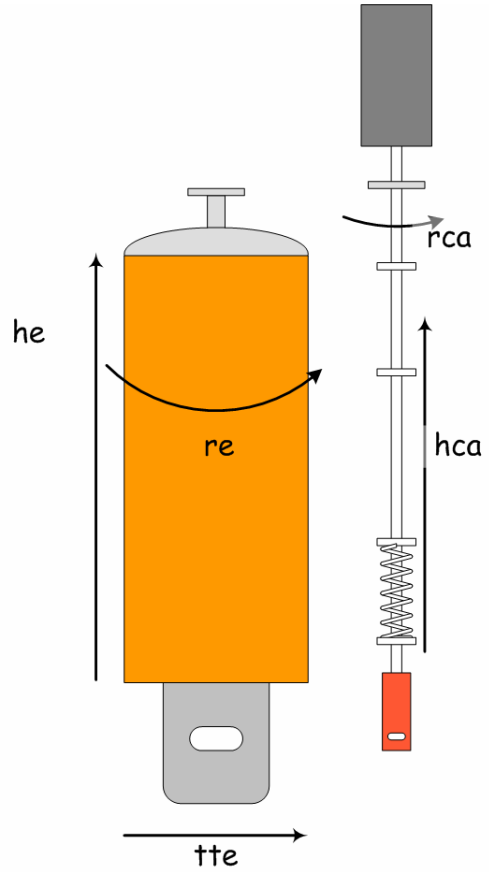
Mouvements de l'échantillon

he : translation verticale du cryostat
tte : translation transverse du cryostat
re : rotation du cryostat
hca : translation verticale de l'échantillon
rca : rotation de l'échantillon

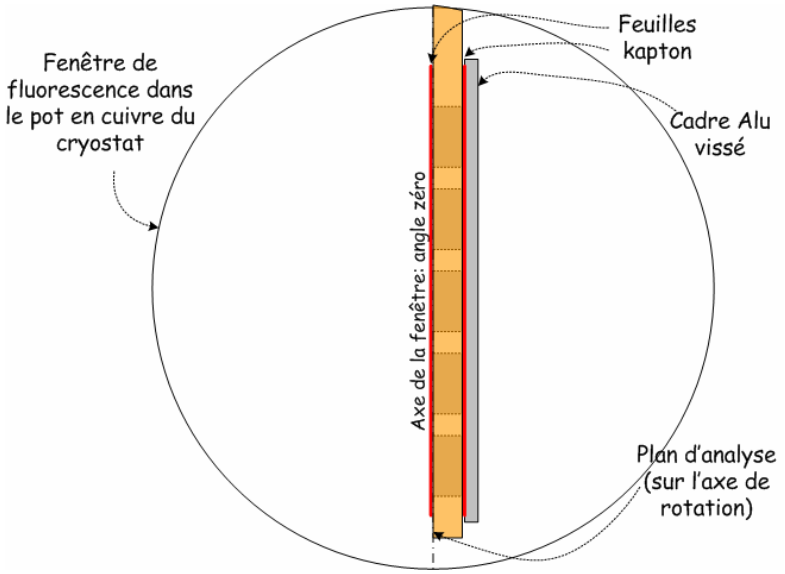
largeurs des ouvertures (FWHM) :
re : 13,8°
tte : 13,4 mm
he : 4,9 mm (à froid)

sens des mouvements :
he et **hca** : sens + vers le haut
tte : sens + vers le détecteur
re et **rca** : sens + sens trigo

position des moteurs : **wy** ou **ws**



Pour régler l'angle de l'échantillon, **rca**, il faut faire coïncider le plan d'analyse du porte-échantillon avec le centre de la fenêtre de fluorescence (comme sur le schéma), appeler la valeur "zéro" (set rca 0) et positionner ensuite l'angle à la valeur désirée (mv rca 45 par exemple).


Feuilles kapton
Fenêtre de fluorescence dans le pot en cuivre du cryostat
Cadre Alu vissé
Axe de la fenêtre: angle zéro
Plan d'analyse (sur l'axe de rotation)

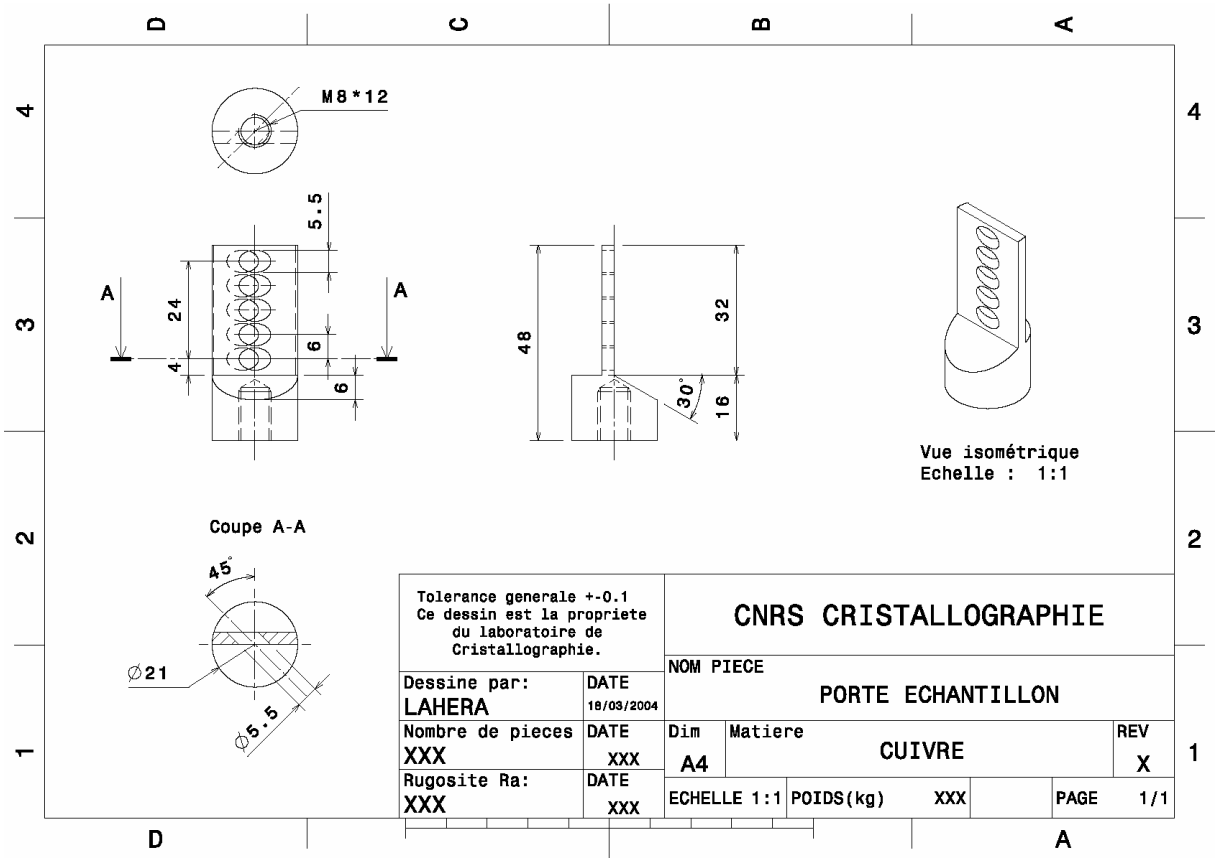
Une fois le cryostat aligné, il faut dévalider les moteurs **he**, **re**, **be1** et **be2**, pour éviter tout incident (passer en mode "local", cf le § sur le fonctionnement de la carte DPAP).
Il faut impérativement vérifier les limites du détecteur de fluorescence en **ttd**: l'encombrement du cryostat peut limiter le déplacement. Dans ce cas, régler la limite électrique "ajustable" pour que tout risque de collision soit exclu (en n'oubliant pas que le cryostat peut bouger en latéral, en **tte**, de ±13mm)

Blocage de la canne

Le principal problème pouvant intervenir est un blocage de la canne, en cours d'expérience (bien entendu au milieu de la nuit...) ou au moment du retrait de la canne. Inutile de forcer, de la glace s'est formée (CO_2, azote...). Seule solution: réchauffer le cryostat.

- Mettre la $T°_{consigne}$ à 300K
- Attendre que la température remonte
- Pomper le puit échantillon pour évacuer le gaz résultant de la fonte de la glace (ne pas pomper en permanence, cela force le passage d'hélium liquide dans l'échangeur et limite le réchauffage)
- Essayer de bouger la canne... et continuer à chauffer si nécessaire.

Pour être sûr que le mouvement en **hca** s'effectue correctement, la mesure du déplacement réel et non simplement la valeur moteur peut être effectuée en haut de la canne. Visuellement, on peut également regarder par la fenêtre de fluorescence (valable aussi pour **rca**).


M8*12
5.5
24
6
6
4
A
A
48
32
16
30°
Vue isométrique
Echelle : 1:1
Coupe A-A
45°
∅21
∅5.5
Tolerance generale +-0.1
Ce dessin est la propriete
du laboratoire de
Cristallographie.
CNRS CRISTALLOGRAPHIE
NOM PIECE
PORTE ECHANTILLON
Dessine par:
LAHERA
DATE
18/03/2004
Nombre de pieces
XXX
DATE
XXX
Rugosite Ra:
XXX
DATE
XXX
Dim
A4
Matiere
CUIVRE
REV
X
ECHELLE 1:1
POIDS(kg)
XXX
PAGE
1/1

Référence sur la ligne

Physica Scripta. Vol. T115, 970–973, 2005

FAME: A New Beamline for X-Ray Absorption Investigations of Very-Diluted Systems of Environmental, Material and Biological Interests

O. Proux[1*], X. Biquard[2], E. Lahera[1], J.-J. Menthonnex[1], A. Prat[3], O. Ulrich[2], Y. Soldo[4], P. Trévisson[5], G. Kapoujyan[5], G. Perroux[5], P. Taunier[3], D. Grand[5], P. Jeantet[5], M. Deleglise[5], J-P. Roux[5] and J-L. Hazemann[3]

[1]Laboratoire de Géophysique Interne et Tectonophysique, UMR CNRS/Université Joseph Fourier, 1381, rue de la Piscine, Domaine Universitaire, F-38400 Saint-Martin-D'Hères, France
[2]CEA/Grenoble, DRFMC/SP2M/NRS, 17 avenue des Martyrs, F-38054 Grenoble Cedex 9
[3]Laboratoire de Cristallographie, CNRS, 25 avenue des Martyrs, BP 166, F-38042 Grenoble cedex 9, France
[4]Laboratoire d'Electrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des Interfaces, UMR 5631 CNRS/INPG/UJF, 1130 rue de la Piscine, Domaine Universitaire, BP 75, F-38402 St. Martin d'Hères, France
[5]Service Etudes et Réalisation d'Appareillages Scientifiques, CNRS, 25 avenue des Martyrs, BP 166, F-38042 Grenoble cedex 9, France

Received June 26, 2003; accepted in revised form November 21, 2003

PACS numbers: 61.10.Ht, 07.85.Qe, 41.50.+h

Abstract

FAME is the French Absorption spectroscopy beamline in Material and Environmental sciences at the ESRF (France), operational since September 2002. Technically speaking, the source is a 0.85T bending magnet and the main optical element is a two-crystals monochromator using either Si(111) or Si(220) monocrystals so that the available energy ranges from 4 to 40 keV. The first crystal is liquid nitrogen cooled in order to avoid a thermal bump and thus preserve the energy resolution. The second crystal is dynamically bent during the energy scan in order to focus the beam in the horizontal plane. Two bendable mirrors are located before and after the monochromator, for beam-collimation (to optimize the energy resolution) and vertical focalization, respectively. During scans, the beam on the sample is kept constant in position and size (around $150 \times 200\,\mu m^2$, V × H). The high flux on the sample combined with the sensitivity of our 30-elements fluorescence detector allow to decrease the detection limit down to 10 ppm or around less than a monolayer. Moreover, quick-EXAFS acquisition is operational: the acquisition time may be reduced down to 30 s.

1. Introduction

FAME is the French Absorption spectroscopy beamline in Material and Environmental sciences at the ESRF (France), in operation since September 2002. This beamline is one of the four french Collaborating Research Group (CRG) beamlines.

The possibility of determining the local structure of elements at very low concentration is one of the most important and appealing features of X-ray Absorption Spectroscopy. This technique gathers a large and growing community of users comprising environmentalists, electrochemists, biologists, material and catalysis scientists. That is why it was decided to provide this community with a dedicated beamline, thus extending available beamtime for absorption experiments. The XAS-station of CRG-IF was then transferred to the CRG-FAME beamline and a new optical line was designed and built. The project was supported by a number of laboratories from the Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), the Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) and the Universities of Grenoble and Lyon. Given the high implication of regional laboratories, a partial financing from "Région Rhone-Alpes" has been moreover obtained. 50 to 60% of the beam time will be dedicated to environmental and earth science studies, the remainder will be used for material, chemical and biological applications. We give herein a brief description of the beamline, the various optical elements and the experimental apparatus. More technical details and pictures can be found on the FAME website [1].

2. General features

The FAME beamline is located on a 0.85T bending magnet (BM) of the ESRF storage ring working at 6 GeV. The beamline design has been optimized in order to accept the 2 mrad horizontal and 0.3 mrad vertical divergences delivered by the BM, *i.e.* its full fan. The magnification ratio (source to monochromator distance *vs* monochromator to sample distance) has been chosen to be 3 to maximize the monochromator transmission. The flux on the sample is maximized when the beam is horizontally focused bending the 2nd crystal of the monochromator [2].

The basic optical design of FAME is shown in Fig. 1. The main optical element is the monochromator, located between two grazing-incidence mirrors. Due to the Rhodium coating of the mirrors, such a configuration is suitable for studies at energies lower than 22 keV. The beamline can also operate in a mirror-free configuration, extending the energy limit close to the BM cutoff. The photon energies available on FAME range then from 4 to 40 keV: all the elements with atomic number higher than 20 (Calcium) can be studied either at the K or L or both edges.

In order to define the size and the optic axis of the beam, two pairs of vertical and horizontal micrometric slits are located at 23.5 m (slits 1) and 30.5 m (slits 2) from the source. To decorrelate the beamline from possible variations in direction or position of the X-ray source, water-cooled tungsten carbide slits are located before our optical elements. The distance between these slits was taken as large as possible in order to precisely define the beam. Other slits are located after the first mirror (slits 3) and after the monochromator (slits 4), to remove the scattered beams induced by the optical elements.

FAME was designed in order to have the maximum flux on the sample, especially at low energies. Only two Be windows are on the beam path, a first 500 µm Be window between the storage ring and the beamline and a second one at the end of the beamline, just before the sample. The vacuum device was conceived using differential pumping between the different elements, in order to have a smooth transition between the $1 \sim 2 \cdot 10^{-9}$ mbar range

*Corresponding author: proux@grenoble.cnrs.fr

© *Physica Scripta 2005*

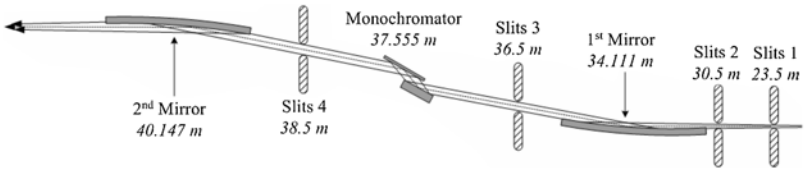


Fig. 1. Schematic diagram of the CRG-FAME beamline optic elements (side view). The distances from the BM source of the various elements are indicated (the sample is located at 50.065 m).

achieved in the mirrors chambers (ionic pumps) and the 2 ∼ $5 \cdot 10^{-8}$ mbar range achieved in the monochromator (turbo pump linked to a cryo-pumping effect).

3. Optical elements

3.1. *First mirror*

The first optic component installed on FAME is a horizontal bendable mirror that deflects the beam vertically, manufactured by IRELEC (France). The mirror is a monocrystalline Silicium ingot with a 50 nm Rhodium coating (manufactured by SAGEM – REOSC S.A., France). Transverse and longitudinal inclinations of the mirror use goniometric cradles. They are completely separated from height and bender adjustment: all the movements are then uncorrelated. The mirror can be bended using a single jack bender (symmetric bending) and its position (height, incidence and tilt angles) can be adjusted independently from the vacuum vessel. The white beam incidence angle on the mirror can vary in the 3–7 mrad range. The cutoff energy ranges then from 9 to 22 keV.

The main functions of the 1st mirror are the following:

- collimation of the incident beam to adapt its vertical divergence to the 1st crystal of the monochromator, in order to optimize the energy resolution of the monochromator,
- reduction of the high energy harmonics' intensity,
- reduction of the heat load on the monochromator.

Optical tests were performed in the ESRF metrology laboratory with a Long Trace Profiler [3] and a PROMAP 512 apparatus, in order to check the radius of curvature, the slope error, profiles and shape errors and the rugosity. The obtained values are gathered in table I. With respect to the large size of the polished surface, the measured slope errors and roughness are really good.

The cooling device of the mirror has been designed in order to limit as much as possible the transmission of vibrations coming from the beamline to the reflecting surface. For this, the cooling apparatus is linked to the cooled part of the mirror *via* a liquid metallic alloy. The vibrations induced by the cold water circulation are then damped by the liquid alloy. Moreover, the cooling water temperature is continuously adjusted in order to obtain a 2 °C gradient of temperature for the water between the entrance and the exit of the mirror chamber. The slope error of the mirror is then as low as possible.

Table I. *Mirrors main characteristics.*

Mirrors characteristics	1st mirror	2nd mirror
optical and geometrical Lengths (mm)	*1150*–1350	*1250*–1450
optical and geometrical Widths (mm)	*80*–110	*80*–110
Thickness (mm)	54	35
minimum Bending Radius (km)	38	10
maximum Bending Radius (km)	3.4	1.0
mean and central rms slope error (µrad)	*2.4*–1.8	*3.0*–2.5
mean rms roughness (Å)	1.4 ± 0.3	2.6 ± 1.0

Table II. *Monochromator main characteristics.*

Monochromator characteristics	wanted	obtained
axis angular resolution	1/10000°	1/40000°
maximum angular deviation of the axis during rotation	5 µrad on 5° range	5 µrad on 40° range
2nd crystal translation precision	0.1 µm	0.1 µm
monochromator translation	65 ± 0.05 mm	100 ± 0.001 mm
maximum angular deviation of the monochromator during translation	5 µrad on 65 mm translation	5 µrad on 100 mm translation

3.2. *Monochromator*

A two-crystals monochromator is located after the first collimating mirror. Its design and construction were performed by our team. The main numerical characteristics are gathered in table II. The obtained characteristics, as checked by metrology at the ESRF [4], are always better than expected. Two kinds of monocrystals are available, Si(111) and Si(220), well adapted in the energy ranges 4–25 keV and 5–40 keV, respectively. Moreover, the monochromator can be used in two configurations: variable exit (pseudo-channelcut mode) and fixed exit (constant vertical position of the beam after the monochromator).

The first crystal is liquid nitrogen cooled at around 110 K to avoid thermal bump. At this temperature, the thermal conductivity of silicon is maximum and its thermal expansion is almost zero. The high heat load of the incoming beam (300 W at the maximum, in the mirror-free configuration) is removed using flexible copper wires, avoiding vibrations. The second crystal is dynamically curved (from 1 m to ∞) during XAFS energy scans in order to keep the beam focused on the sample in the horizontal plane [5]. The horizontal FWHM size of the spot is always below 300 µm, even at low energies (small radius of curvature of the 2nd crystal). Figure 2 shows an example of a focused beam shape obtained at 7 keV.

The axis of the monochromator is equipped with a RON905 encoder (resolution: 1/1000°), linked to an interpolator box (1/800). The theoretical resolution is then 1/80000° while the measured resolution is 1/40000° (Tab. II). The axis brushless motor is equipped with a McLennan PM600 motor controller.

The monochromator can work in two configurations: in the step-by-step mode (classical EXAFS) and in the continuous one (quick EXAFS). In both cases, the angle movement during the energy scan operates simultaneously with the adjustments

1) of the 2nd crystal curvature,
2) of the parallelism between the two crystals, allowing to remain at the maximum of the 2nd crystal's rocking curve,
3) of the EXAFS table height (see § 4).

© *Physica Scripta 2005*

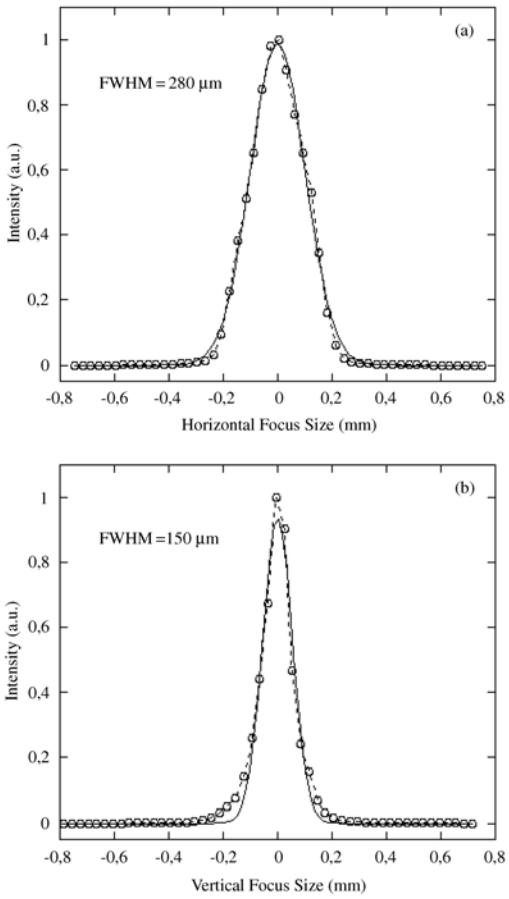


Fig. 2. Focused beam shapes in the horizontal (a) and vertical (b) planes, measured (open circles and dashed line) and superimposed Gaussian fit (solid line). The measurements have been performed at 7 keV using Si(111) monochromator crystals, with a 7 mrad incidence angles for the mirrors and using the entire vertical and horizontal divergences.

3.3. *Second mirror*

The 2nd mirror is located in the monochromatic part of the beamline. Its objectives are to eliminate the remaining harmonics and mainly to focus the beam in the vertical plane on the sample. The reflective angle is always equal to the one of the 1st mirror, in order to obtain a perfect horizontal beam after it. Compared to the 1st mirror, the 2nd one is longer and thinner (Tab. I), in order to reach smaller radius of curvature. Moreover, this high length allows us to keep its height fixed during an energy scan even if the output height of the monochromator varies (variable exit mode). The position of the beam on the mirror can then slightly change without being close to the edges.

The vertical size of the beam on the sample can then be adjusted between 100 to 500 µm (example Fig. 2.b), with respect to the kind of studied samples (mainly with respect to their homogeneity).

4. Experiment apparatus

The X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) apparatus on FAME is composed of the previously existing elements on the IF beamline XAS station. The position of the experimental table (height, transversal translation and rotation) can be controlled so that the beam position on the sample remains constant. The height position (precision about 1 µm) is dynamically adjusted during an EXAFS scan, allowing the beam position on the sample to remain constant.

The sample is located on a "goniometric head" sample holder. Different movements are motorized: transverse and vertical translations, rotation (360°) and goniometric cradles (±7°). Different classical environment can be mounted on the goniometric head: 1) basic vacuum chamber (for low energy experiment), 2) liquid nitrogen and 3) liquid helium cryostats.

Moreover, the experimental environment can be easily adapted to the users' need and can accept several apparatus elaborated in other laboratories. This is especially suitable for *in situ* studies, electrochemistry cells [6], catalysis ovens in gaseous atmosphere [7], high temperature and high pressure cells [8, 9] . . .

Three kinds of detectors are used on FAME. The transmitted signals are measured with Si diodes collecting the beam scattered by kapton foils. The fluorescence measurements are performed using a 30-elements solid germanium Canberra energy-resolved detector. This detector is very well adapted for studies on highly diluted samples or thin films. For a 125 and 500 ns shaping time, its energy resolution is about 300 and 250 eV and the maximum allowed count rate by element is about 100 000 and 30 000 counts/s, respectively. Finally, an electron detector (analysis temperature from 77 to 300 K) working with helium atmosphere (Conversion Electron mode) is also well suitable for thin films studies.

5. Perspectives and conclusion

We have described the new CRG-FAME XAS beamline in operation at the ESRF (France) since september 2002. The main optic element is a two-crystals monochromator equipped with two kinds of monocrystals, Si(111) and Si(220). The available energy ranges from 4 to 40 keV. The first crystal is liquid nitrogen cooled in order to avoid thermal bump and thus to preserve the energy resolution. The second crystal is dynamically bended during the energy scan in order to focus the beam in the horizontal plane. Two bendable mirrors are located before and after the monochromator, for beam-collimation (optimisation of the energy resolution) and to obtain a vertical focus. The size (around $250 \times 150\,\mu m^2$) and the position of the beam on the sample is then kept constant during scans. The high flux on the sample combined with the sensitivity of the fluorescence detector allow to decrease the detection limit down to 10 ppm and the acquisition time of a spectrum to around 30 s (QEXAFS mode). A micro-focalisation apparatus (Kirkpatrick-Baez) will allow to decrease the size of the beam, $20 \times 20\,\mu m^2$ with full flux, $1 \times 1\,\mu m^2$ with slits. Preliminary micro-XAS experiments have been performed: construction of the optic elements will be achieved this year.

Acknowledgements

The authors wish to acknowledge the help of the ESRF technical staff and support groups and in particular Alonso Garcia C. and Patrunau V. (handling), Vassalli J. P. and Villermet P. (monochromator crystals realisation), Rommevaux A. (mirrors metrology), Van Der Kleij H. P. (monochromator metrology), the alignment group, especially Levet N. and Lefevre C. and all the people from the CRG liaison, Dettona E., Kaprolat A., Bombana J., Kilvington I., Glueckert M., Rigolet M. and Clément V. Thanks are also given to all the users who helped us for the beamline commissioning.

© *Physica Scripta 2005*

References

1. http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM30B/
2. Hrdy, J., Rev. Sci. Instrum. **65**, 2147 (1994).
3. Hignette, O. and Rommevaux, A., Proc. SPIE **2856**, 314 (1996).
4. For more technical details see the webpage of the Precision Engineering Laboratory: http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/TBS/MechanicsService/PELab/
5. Hazemann, J. L., Nayouf, K. and de Bergevin, F., Nucl. Instr. Meth. B **97**, 547 (1995).
6. Soldo, Y. *et al.*, Electroch. Acta **47**, 3081 (2002).
7. Geantet, C. *et al.*, Catalysis Lett., **73**, 95 (2001).
8. Pokrovski, G. S. *et al.*, Geochim. Cosmochim. Acta **66**, 3453 (2002), **66**, 4203 (2002).
9. Simonet, V. *et al.*, J. Chem. Phys. **116**, 2997 (2002).

© *Physica Scripta 2005*

Glossaire des termes SPEC de la session EXAFS

Pour plus de détails concernant ces macros, vous pouvez vous reporter aux différents chapitres du manuel (cf. index).

ascan: pour effectuer un scan d'un moteur, les valeurs des bornes du déplacement étant des valeurs absolues : ascan moteur x y nbre de points temps de comptage
ex. ascan he 0 6 30 1

canberragui: dans la session EXAFS, cette commande permet de faire des comptages en boucle. Dans une session SPEC, elle permet de lancer l'application nécessaire pour régler le détecteur de fluorescence Canberra.

canbinit: dans une session SPEC, cette macro permet de réinitialiser les réglages des fenêtres du détecteur de fluorescence Canberra.

CEN: après un scan, position du barycentre du pic. Très utile pour un alignement : ex. mv motor CEN.

config: pour accéder aux paramètres des moteurs et des détecteurs

confmono: pour définir la configuration du monochromateur (focalisation sagittale ou non, déplacement de la table pendant le spectre)

ct: pour faire un comptage de l'ensemble des détecteurs de base (1 seconde par défaut, sinon il faut préciser, ct 5 par exemple

ctl: idem qu'un ct, sauf que l'on détaille l'ensemble des coups mesurés par chaque élément du détecteur de fluorescence

detoffset: pour mesurer les offsets des diodes (~ 10^6 cps/s)

dscan: pour effectuer un scan d'un moteur, les valeurs des bornes du déplacement étant des valeurs relatives (en cas d'arrêt, le moteur revient à la position initiale) : dscan moteur x y nbre de points temps de comptage
ex. dscan he -3 3 30 1

exafs : pour lancer l'acquisition d'un spectre EXAFS

exafsscan : pour pouvoir lire des paramètres de scan déjà enregistrés. ex. exafsscan Br

focus : macro récapitulant les différents paramètres permettant l'extrapolation des réglages de la focalisation par le 2nd cristal du monochromateur en fonction de l'énergie (cf. memfoc)

getE: pour connaître l'énergie du faisceau monochromatique *via* la lecture de la position du moteur de l'axe, la valeur indiquée étant en keV

getEE : pour connaître l'énergie du faisceau monochromatique *via* la lecture du codeur de l'axe (valeur indiquée dans les spectres), la valeur indiquée étant en keV

hshome : pour effectuer les références des 4 fentes d'alignement

insertM1M2 : pour insérer les miroirs à un angle donné. ex. insertM1M2 4 (valeur en mrad)

mcce : interface permettant de régler les gains des convertisseurs courant/fréquence. ex. mcce i0 range 1e-8

memfoc : permet de sauvegarder les paramètres nécessaires à la focalisation dans le focus

mesh : permet de faire un maillage de deux mouvements. Les valeurs indiquées dans le mesh sont des valeurs absolues, comme pour un ascan

moveE: pour changer l'énergie du faisceau monochromatique, la valeur indiquée est en keV

moveM1M2angle : pour changer l'angle des miroirs. ex. moveM1M2angle 4 (en mrad)

mv: pour effectuer un mouvement absolu d'un moteur, la valeur indiquée étant une valeur absolue : mv motor x. ex. mv he 3.13

mvr: pour effectuer un mouvement relatif d'un moteur, la valeur indiquée étant la valeur relative du déplacement : mvr motor x. ex. mvr he -3

nbc : pour estimer le saut d'absorption (100 eV avant et 100 eV après l'énergie de seuil indiquée dans les paramètres de scan

noise: pour estimer le « bruit » absolu de la ligne : noise detector tps de comptage tps d'intégration. ex. noise I0 .1 10

pl_xMAX: après un scan, position du maximum du pic. Très utile pour un alignement : ex. mv motor pl_xMAX.

qexafs : pour lancer l'acquisition d'un spectre QEXAFS

qscan : interface permettant de choisir les paramètres du spectre QEXAFS

reconfig : commande permettant d'activer les paramètres nécessaires à la session exafs.

removeM1M2 : pour retirer les miroirs du faisceau

resume : pour continuer un spectre interrompu

save_scan : pour sauver un spectre dans un fichier séparé . ex. 1) save_scan (itération automatique en fonction du nom générique fixé dans le menu). 2) save_scan TEST.DAT (pour imposer un nom, ici TEST.DAT)

scan : interface permettant de choisir les paramètres du spectre EXAFS

set_beam_mode: pour activer ou désactiver la sécurité sur l'intensité du faisceau (quand le moniteur ne reçoit aucun coups, aucun mouvement n'est possible) : set_beam_mode 0 pour désactiver, 1 pour activer

setE: pour calibrer le monochromateur, la valeur indiquée étant en keV

shaping: shaping time, temps de mise en forme du signal de fluorescence. Concrètement, plus le temps est court, plus le nombre de coups maximum est élevé mais moins la résolution en énergie est bonne.

snoise : pour connaître le bruit sur un autre détecteur que celui définit pendant le noise. ex. snoise I1

ssh : commande unix permettant de se connecter à distance sur un ordinateur, de manière sécurisée (remplace la connexion de type **telnet**)

tempmono : pour lancer la lecture de la température du 1er cristal

tstplc : pour tester l'état de toutes les sécurités, vide, température, verrouillage des hutchs…

tempmono : pour lancer la lecture de la température du 1er cristal

ztable : pour associer à une énergie une valeur de hauteur de table

pour tuer un process sous linux

- ouvrir une fenêtre X
- éventuellement se connecter sur la station sur laquelle le process doit être tué: `ssh lisa` par exemple
- `ps -e` (pour lister tous les process)
- repérer le numéro du process à tuer (par exemple le process correspondant à xmgr…)…
- `kill -9` Numéro

pour fermer la session X

- Ctrl + Alt + backspace (attention c'est arret radical !!)

Index

A

abs1, abs2 18, 19
acc 40, 51, 53, 56, 58
Aide en ligne 90
Alignement de l'échantillon 22, 96
anticoincidence 82
Arrêt d'un Spectre 45
ascan 21, 114

B

be1, be2 22
Beam lost 44, 45
Bloquage paramètres de Scan 19

C

c1, c2 51, 53, 54, 55
canb 19
canb1 19
canberragui 44, 77, 78, 114
canbgain 81
canbgui 77, 78
canbinit 79, 114
Carte DPAP 94
CEN 21, 96, 114
chiller 42, 48
Choix des Détecteurs 18
coincidence 82
config 114
confmono 51, 114
Cristaux analyseurs 30
Cryogénie 11, 56, 75
Cryostat Hélium Liquide 103
ct 19, 114
ctl 19, 78, 91, 114

D

Démarrage Spectre 24, 26, 91
detoffset 18, 43, 73, 114
Diodes silicium 72
dscan 21, 114
dum 19

E

Entête des spectres 92
Estimation du bruit 23, 24
euro 60
Eurotherm 99
exafs 24, 91, 114
exafsscan 19, 114

F

Fentes de délimitation 10, 49, 62
Fermeture faisceau 16
Filtres 20
Fluorescence, correction des spectres 101
Fluorescence, Haute Tension 75
Fluorescence, Mouvements Canberra 22, 79
Fluorescence, Optimisation 19, 85
Fluorescence, Réglage des fenêtres 20, 43, 75, 80
Fluorescence, Réinitialisation Détecteur 79
Fluorescence, ROI 78
Fluorescence, SCA 78
Fluorescence, shaping time 79
foc 54, 55
focus 42, 44, 52, 53, 58, 114
focuscal 51, 54

G

gam 53
Gamme des diodes 43, 73
gap 41, 51
Géométrie de Johann 30
getE 21, 91, 114
getEE 114

H

Hauteur de la table EXAFS 63
hca 41, 107
hcam 22, 41
hd 22, 26
he 22, 26, 96, 107
hfluo 22, 41
hg4 20
hg5 27
hg5, hg6 26, 62
hm 41, 51, 65, 67
ho5, ho6 58
hshome 114
ht 51, 62, 65, 67

I

I_0, I_1, I_2 18, 19, 26, 72, 73
icr 19
IdAppli 39
inclinomètre 66
insertM1M2 66, 114
I_{piezo} 72

K

KB 27

M

m 19, 42, 91
ma1 66, 68
ma1, ma2 13, 65, 67, 68
ma2 66
McaAIM 44, 46
mcaguioff 81
mcaoff 29
mcaon 29
mcasetup 28
mcce 43, 56, 73, 114
memfoc 53, 54, 56, 60, 114
Menu EXAFS 16, 42, 91
mesh 114
mh1 13, 66, 67
mh2 65, 66, 67
Miroirs 13, 49, 50, 65
Miroirs, Angles 65
Miroirs, Energie de Coupure 68
Miroirs, Positions 13
Miroirs, Température M1 13
monitor 18, 19, 26
mono 41, 65, 67, 100
Monochromateur 11, 49, 50
Monochromateur, Calibration 51, 67
Monochromateur, Focalisation 17, 42, 54, 55
Monochromateur, Gamma 59
Monochromateur, Gap 63, 64
Monochromateur, Ouverture 100
Monochromateur, Parallélisme 40, 43, 56, 91
Monochromateur, Positions 51
Monochromateur, Remplissage 24
Monochromateur, Température 12, 40, 45, 60, 100
Monochromateur, Tilt 58
Mouvements écran Fluo 22
Mouvements Table EXAFS 22, 62, 96
moveE 21, 51, 91, 114
moveM1M2angle 66, 114
mv 21, 62, 91, 96, 114
mvr 21, 65, 66, 91, 96, 115

N

nbc 24, 91, 115
noise 23, 24, 115
Nom fichier EXAFS 17, 42
Nom fichier SPEC 16

O

Offsets diodes 18, 43, 73
Ouverture faisceau 16, 39

P

Paramètres Comptage 19
Paramètres scan EXAFS 18, 91
Paramètres scan QEXAFS 25
pl_xMAX 21, 96, 115
plotselect 22, 62
pm600setpar 44

Q

qexafs 25, 115
qscan 25, 115

R

rca 41, 107
re 22, 96, 107
reconfig 41, 43, 115
Redémarrage Spectre 44
refill 24
regul 40, 42, 43, 91
REGUL 45, 57
removeM1M2 66, 115
resume 44, 45, 91, 115
Retrait Sécurité Faisceau 18, 44, 62
ROI 80
rt 93

S

Saut de Seuil 24, 91
save_scan 21, 91, 115
SCA1, SCA2 16, 19, 43, 80
scan 18, 42, 44, 91, 115
sd3 41
seconds 19
Session EXAFS 16, 42, 46
set_beam_mode 44, 62, 115
setE 51, 115
setfocalpoint 52, 54
setup 16, 99
shcl 16, 91
shop 16, 91
snoise 24, 115
SPEC 42
ssh 115
su3 41
sync 44
Système piezoélectrique 40, 56

T

tempmono 115

tlt 58, 59
tstplc 39, 45, 48, 115
ttd 20, 22, 26, 79
tte 22, 26, 54, 96, 107
ttfluo 22, 41

V

vg1 68
vg2 68
vg3 68
vg5 26, 27, 62, 75
vg6 26, 62
VME 41, 43, 46, 75
vo3 65
vo5, vo6 26, 63
vortex 83, 84

W

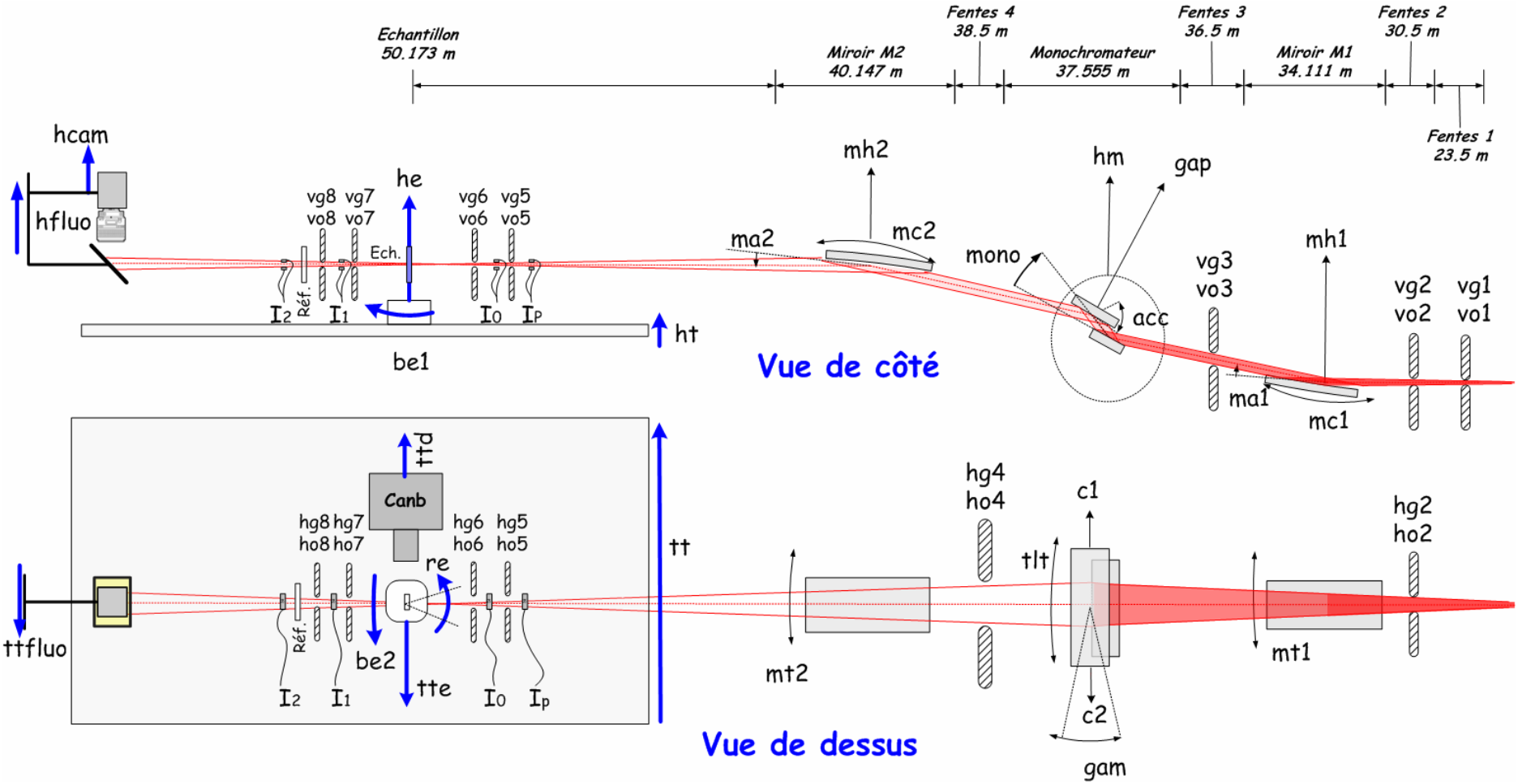
wcas 32
we 45, 51, 93, 100
wl 45, 93
wq 42, 66, 93
ws 23, 93, 107
wsettings 23
wx 45
wy 93, 107

X

XMGR 87
  en cas de panne 115

Z

ztable 62, 115


Echantillon
50.173 m
Miroir M2
40.147 m
Fentes 4
38.5 m
Monochromateur
37.555 m
Fentes 3
36.5 m
Miroir M1
34.111 m
Fentes 2
30.5 m
Fentes 1
23.5 m
hcam
hfluo
he
vg8 vg7
vo8 vo7
vg6 vg5
vo6 vo5
Ech.
Réf.
I2
I1
I0
IP
be1
ht
ma2
mh2
mc2
hm
gap
mono
acc
vg3
vo3
mh1
vg2
vo2
vg1
vo1
ma1
mc1
Vue de côté
ttd
Canb
hg8 hg7
ho8 ho7
hg6 hg5
ho6 ho5
re
tt
ttfluo
be2
tte
hg4
ho4
c1
tlt
hg2
ho2
mt2
mt1
c2
gam
Vue de dessus